

**Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Cu(II) dengan Ligan
Campuran Tartrat dan Pirazina**

SKRIPSI

oleh:

APRILIANTI CATUR PUTRI

175090207111002



JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

MALANG

2021



**Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Cu(II) dengan Ligan Campuran
Tartrat dan Pirazina**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

oleh:

APRILIANTI CATUR PUTRI

175090207111002



JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

MALANG

2021



LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Cu(II) dengan ligan Campuran Tartrat dan Pirazina

Oleh:

APRILIANTI CATUR PUTRI

175090207111002

Setelah diseminarkan di depan Majelis Penguji pada tanggal 05 Juli 2021 dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I,

Yuniar P. Prananto, S.Si., M.Sc.Ph.D.

NIP. 198106202005011002

Pembimbing II,

Dr. rer. nat Rachmat T. Tjahjanto, S.Si., M.Si.

NIP. 196912221994022001



Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Yuniar Ponco Prananto, S.Si., M.Sc., Ph.D.
NIP. 198106202005011002

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Aprilianti Catur Putri

NIM : 175090207111002

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul:

Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Cu(II) dengan ligan campuran Tartrat dan Pirazina

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak memplagiasi karya orang lain, selain nama-nama yang tercantum di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil plagiasi, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, 25 Juni 2021

Yang menyatakan,



Aprilianti Catur Putri

NIM. 175090207111002

Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Cu(II) dengan Ligan Campuran Tartrat dan Pirazina

ABSTRAK

Senyawa kompleks Cu(II)-tartrat merupakan senyawa polimer koordinasi 2 dimensi yang berpori. Untuk menstabilkan struktur diperlukan ligan netral yang berperan sebagai pilar. Salah satu ligan netral yang dapat digunakan dan belum pernah dilaporkan sebelumnya dengan kompleks Cu(II)-tartrat adalah pirazina. Tujuan dari penelitian ini adalah mensintesis senyawa kompleks Cu(II)-tartrat-pirazina (CuTP) dengan metode larutan dan mempelajari pengaruh variasi garam Cu(II) dan variasi rasio mol Cu(II):T:P terhadap keberhasilan sintesis senyawa CuTP. Sintesis dilakukan menggunakan teknik larutan berlapis dengan variasi garam logam Cu(II) yaitu tembaga(II) nitrat, tembaga(II) sulfat, dan tembaga(II) klorida, serta rasio mol 1:1:2 dan 1:1:4 pada suhu ruang dengan pelarut metanol dan air selama 21 hari. Hasil analisis dengan spektra inframerah, uji titik leleh, uji SEM-EDS, dan uji identifikasi anion menunjukkan bahwa senyawa CuTP belum berhasil disintesis dimana produk yang diperoleh dari kelima padatan merupakan senyawa yang berbeda, yaitu kompleks Cu(II)-tartrat (kode ACP-1 dan ACP-4-B), dan kompleks Cu(II)-pirazina (ACP-3, ACP-4-A, dan ACP-5). Hasil penelitian juga menunjukkan bahwa penggunaan rasio pirazina yang berbeda menghasilkan massa produk yang bervariasi. Pada anion sulfat, massa produk semakin meningkat seiring dengan meningkatnya rasio pirazina, sedangkan pada anion nitrat, massa produk semakin berkurang seiring dengan meningkatnya rasio pirazina. Variasi anion mempengaruhi jenis produk padatan yang dihasilkan dimana morfologi dan warna yang berbeda akan dihasilkan tergantung pada anion garam Cu(II) yang digunakan.

Kata kunci: anion garam, pirazina, rasio mol, senyawa kompleks, tartrat.

Synthesis and Characterization of Cu(II) Complex with Tartrate and Pyrazine Mixed Ligands

ABSTRACT

Cu(II)-tartrate complex is a porous 2D coordination polymer. To stabilize its structure, neutral ligands are needed which act as pillars. One of the neutral ligands that can be used and has not been previously reported with Cu(II)-tartrate complexes is pyrazine. The aim of this research is to synthesize Cu(II)-tartrate-pyrazine (CuTP) complex using a solution method and to study the effect of Cu(II) salt variation and Cu(II):T:P molar ratio variation on the synthesis of targeted CuTP. The synthesis was carried out using a layered solution technique with variations of Cu(II) metal salts, namely copper(II) nitrate, copper(II) sulfate, and copper(II) chloride, and with molar ratios of 1:1:2 and 1:1:4 at room temperature for 21 days using a solvent mixture of methanol and water. Analysis results of the solid products by infrared spectroscopy, melting point test, SEM-EDS analysis, and anion identification test showed that the CuTP compound is not successfully synthesized. The products precipitated from the five reactions were a different compound, namely Cu(II)-tartrate complex (ACP-1 and ACP-4-B), and Cu(II)-pyrazine complexes (ACP-3, ACP-4-A, and ACP-5). The results also showed that the use of different pyrazine molar ratios resulted in varying product mass. In the case of sulfate, the mass of the product increases as the pyrazine molar ratio increases, while in the case of nitrate, the product mass decreases with the increase in the pyrazine molar ratio. Variation of anion of the Cu(II) salt affects the type of solid product produced, in which different morphology and color will be produced depending on the anion of Cu(II) salt used.

Keywords: anion of salt, complex compound, molar ratio, pyrazine, tartrate.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala rahmat dan karuniaNya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Cu(II) dengan Ligan Campuran Tartrat dan Pirazina** dengan baik. Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia di Universitas Brawijaya Malang. Penulis mengucapkan terimakasih kepada pihak-pihak yang telah membantu penulis untuk menyelesaikan skripsi ini. Ucapan terimakasih ditujukan kepada:

1. Orang tua penulis, Alm. Kadar Husein Purwasantana dan Sumi Siswantini, kakak penulis Wildan Almasihu Royan, Anis Dwi Ananda, Fauzan Awal Ramadhan, Apriliani Panca Putri dan adik penulis Ammy Rhaudatul Zannah, atas kasih sayang, motivasi, doa serta bantuan secara moril dan materiil sehingga penulis bisa menyelesaikan jenjang pendidikan sarjana.
2. Bapak Dr. Yuniar Ponco Prananto, S.Si., M.Sc selaku Ketua Jurusan Kimia, Bapak Drs. Danar Purwonugroho, M.Si. selaku kepala laboratorium Anorganik dan segenap jajaran staf pengajar Jurusan Kimia atas semua bimbingan dan bantuan ilmu yang telah diberikan selama menempuh pendidikan sarjana di Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya.
3. Bapak Dr. rer. nat Rachmat Triandi Tjahjanto, S.Si., M.Si, selaku Ketua Program Studi Kimia, semua bimbingan dan bantuan ilmu yang telah diberikan selama menempuh pendidikan sarjana di Program Studi Kimia, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya.
4. Bapak Dr. Yuniar Ponco Prananto, S.Si., M.Sc selaku dosen pembimbing I dan Bapak Dr. rer. nat Rachmat Triandi Tjahjanto, S.Si., M.Si, selaku dosen pembimbing II atas segala kesabaran, doa, dukungan, saran, nasihat, ilmu dan bimbingan dalam penyusunan skripsi dari awal hingga akhir.

5. Ibu Layta Dinira, SSI., MSi selaku dosen penasihat akademik yang selalu memberikan motivasi, dukungan, saran, nasihat, dan bimbingan selama pelaksanaan kuliah.
6. Bapak Aprial Jastirbah, Ibu Soerjani Widyastuti, S.Kom, dan Ibu Nur Yusrina atas segala bantuan dan saran kepada penulis.
7. Teman-teman Kimia angkatan 2017, tim penelitian MOF laboratorium Anorganik, khususnya Yenni Finisia dan Zhulfa Rhomzatul yang telah memberikan motivasi selama penyusunan skripsi, pengalaman selama menempuh perkuliahan dan waktu yang diberikan selama menjalani kehidupan di Malang.
8. Teman-teman PPM Malang Raya, khususnya teman-teman Ikatan Mahasiswa Semester Akhir (IMSAK), Riska Arifah Aini, Devi Komala Sari, Bilkish Fitria Febriana, Salsabila Firdausi, Awella Bilqis Pramanda, dan Ratriani Santi Dewi yang telah memberikan dukungan, motivasi selama penyusunan skripsi, pengalaman selama menempuh perkuliahan dan waktu yang diberikan selama menjalani kehidupan di Malang.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penulisan naskah skripsi ini. Oleh karena itu, penulis sangat mengharapkan adanya kritik dan saran yang bersifat membangun dari pembaca demi kesempurnaan penulisan pada masa yang akan datang. Demikian yang dapat penulis sampaikan. Mohon maaf atas segala kekurangan. Semoga semua sumbangan ilmu, moril maupun material dari semua pihak merupakan amal sholeh yang akan di balas oleh Allah SWT, dan semoga skripsi ini berguna bagi semua pihak yang memanfaatkan dan menjadi acuan dalam pengembangan penelitian-penelitian berikutnya.

Malang, Juli 2021

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN SKRIPSI	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	4
1.3 Batasan Masalah	4
1.4 Tujuan Penelitian	5
1.5 Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Tembaga (II) dan Senyawanya	6
2.2 Senyawa Tartrat	7
2.3 Senyawa Pirazina	14
2.4 Metode Sintesis	17
BAB III METODE PENELITIAN	20
3.1 Alat dan Bahan Penelitian	20
3.1.1 Alat	20
3.1.2 Bahan	20
3.2 Tempat dan Waktu Penelitian	20
	ix

3.3	Tahapan Penelitian	20
3.4	Diagram Alir	21
3.5	Prosedur Kerja.....	21
3.5.1	Preparasi Larutan	21
3.5.2	Sintesis Senyawa Kompleks	24
3.5.3	Karakterisasi Produk	25
3.5.4	Analisis Data.....	27
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....		28
4.1	Preparasi larutan.....	28
4.2	Sintesis Senyawa Kompleks.....	29
4.3	Karakterisasi Produk Padatan.....	34
4.3.1	Hasil Spektroskopi Inframerah (FTIR).....	35
4.3.2	Hasil Uji Titik Leleh	38
4.3.3	Hasil SEM-EDS.....	39
4.3.4	Hasil Uji Perak Nitrat.....	44
4.3.5	Analisa data.....	40
BAB V PENUTUP		51
5.1	Kesimpulan	51
5.2	Saran	52
DAFTAR PUSTAKA		53



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Asam Tartrat (23).....	7
Gambar 2.2 Pola struktur koordinasi tartrat dengan logam Cu(II) (24)	8
Gambar 2.3 Struktur kristal 2D yang terdiri dari ion tartrat dan tembaga (II) menggunakan metode larutan (24).....	9
Gambar 2.4 Kristal tembaga(II)-tartrat menggunakan metodel gel ...	9
Gambar 2. 5 Persamaan reaksi ion tembaga(II)-tartrat	10
Gambar 2.6 Struktur polimer 2D yang terdiri dari ion tartrat dan tembaga(II) hasil sintesis menggunakan metode larutan..	10
Gambar 2.7 Kristal tembaga tartrat menggunakan metodel gel	11
Gambar 2.8 Spektrum FTIR dari Tembaga(II)-Tartrat (19).....	12
Gambar 2.9 SEM-EDS dari Tembaga(II)-Tartrat pada perbesaran x 55.000.....	13
Gambar 2.10 Struktur senyawa pirazina (11).....	14
Gambar 2.11 Struktur dari Cu(II)-Pirazina	15
Gambar 2.12 Spektrum FTIR Pirazina.....	16
Gambar 2.13 Skema empat metode pertumbuhan kristal.....	18
Gambar 3.1 Diagram alir penelitian.....	21
Gambar 3.2 Ilustrasi teknik larutan berlapis.....	25
Gambar 4.1 Penampakan hari pertama pada (a) kode reaksi ACP-1 (b) kode reaksi ACP-2, (c) kode reaksi ACP-3, (d) kode reaksi ACP-4, (e) kode reaksi ACP-5	30
Gambar 4.2 Penampakan hari ketujuh pada (a) kode reaksi ACP-1 (b) kode reaksi ACP-2, (c) kode reaksi ACP-3, (d) kode reaksi ACP-4, (e) kode reaksi ACP-5	31
Gambar 4.3 Penampakan hari ke-14 pada (a) kode reaksi ACP-1 (b) kode reaksi ACP-2, (c) kode reaksi ACP-3, (d) kode reaksi ACP-4, (e) kode reaksi ACP-5.....	31
Gambar 4.4 Penampakan hari ke-21 pada (a) kode reaksi ACP-1 (b) kode reaksi ACP-2, (c) kode reaksi ACP-3, (d) kode reaksi ACP-4,	



(e) kode reaksi ACP-5.....	32
Gambar 4.5 Penampakan fisik padatan setelah dikeringkan (ACP-1 (1:1:2) = kiri dan ACP-3 (1:1:2) = kanan).	34
Gambar 4.6 Penampakan fisik padatan setelah dikeringkan (ACP-4 (1:1:4) = kiri dan ACP-5 (1:1:2) = kanan).	34
Gambar 4.7 Spektra IR Pirazina, ACP-1, Cu(II)-tartrat pembanding, ACP-5, dan Asam Tartrat.....	35
Gambar 4.8 Spektra IR Pirazina, ACP-3, ACP-4-A, ACP-4-B, Cu(II)-tartrat pembanding, dan asam tartrat.....	36
Gambar 4.9 (a), (b), dan (c) adalah hasil pencitraan SEM dari kode ACP-1 dan (d), (e), (f) adalah hasil pencitraan SEM dari kode ACP-3. (a) dan (d) adalah overview, (b) dan (e) adalah perbesaran 500x, (c) dan (f) adalah perbesaran 1000x.....	40
Gambar 4.10 (a), (b), dan (c) adalah hasil pencitraan SEM dari kode ACP-4 dan (d), (e), (f) adalah hasil pencitraan SEM dari kode ACP-5. (a) dan (d) adalah overview, (b) dan (e) adalah perbesaran 500x, (c) dan (f) adalah perbesaran 1000x.....	40
Gambar 4.11 Sebelum padatan larut, diaduk dengan magnetik stirer (kiri), Setelah padatan larut dan sebelum ditetesi AgNO ₃ (tengah), setelah ditambah AgNO ₃ (kanan).....	44
Gambar 4.12 Prediksi senyawa di produk kode ACP-1.....	48
Gambar 4.13 Beberapa prediksi senyawa di produk kode ACP-3 dan ACP-4-A, Cu-Pirazina	48
Gambar 4.14 Prediksi senyawa di produk kode ACP-5	49

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Interpretasi FTIR dari tembaga(II)-Tartrat (19)	12
Tabel 2.2 Penelitian kompleks Cu(II)-tartrat.....	13
Tabel 2.3 Penelitian kompleks Cu(II)-pirazina.....	16
Tabel 2.4 Densitas dan indeks kepolaran dari air dan metanol.....	19
Tabel 3.1 Rangkaian seri reaksi sintesis senyawa kompleks Cu(II)	22
Tabel 4.1 Hasil pengamatan setelah 21 hari.....	32
Tabel 4.2 Tabel Interpretasi FTIR	36
Tabel 4.3 Data uji titik leleh	38
Tabel 4.4 Hasil komposisi unsur yang terkandung dalam senyawa hasil analisis EDS	41
Tabel 4.5 Data Hasi EDS	43

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram alir sintesis Cu(II)-Tartrat-Pirazina	59
Lampiran 2. Perhitungan	62
Lampiran 3. Spektra hasil analisis IR	64
Lampiran 4. Hasil uji titik leleh	72
Lampiran 5. Hasil SEM-ED	74

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Polimer koordinasi adalah salah satu bidang penelitian kimia anorganik dan teknik kristal yang paling produktif dalam 15 tahun terakhir. Polimer koordinasi berpori merupakan material yang dibentuk melalui ion logam sebagai pusat koordinasi yang dihubungkan pada ligan sebagai penghubung agar terbentuk struktur polimer koordinasi satu, dua, atau tiga dimensi [1, 2]. Khususnya polimer koordinasi 3D, sebagian senyawa dalam kategori ini dapat membentuk senyawa dengan kerangka logam-organik (*metal organic framework* atau MOF), yaitu suatu polimer koordinasi dengan struktur 3D yang memiliki pori atau rongga [3]. Kelebihan senyawa MOF ini yaitu mempunyai luas permukaan yang besar, mudah dirancang, memiliki struktur yang teratur dan porositas tinggi [1]. Polimer koordinasi berpori sangat bermanfaat untuk penyimpanan gas, pemisahan gas/uap, dan katalisis [4].

Ligan yang seringkali menghasilkan senyawa polimer koordinasi berpori adalah ligan polikarboksilat [5]. Ligan tartrat merupakan salah satu jenis ligan polikarboksilat yang dapat menghasilkan kompleks polimer koordinasi berpori. Terdapat beberapa kompleks polimer yang berhasil dibuat dari ligan tartrat dengan ion logam salah satunya yaitu logam Cu(II) [6].

Kompleks Cu(II) dengan ligan tartrat ($C_4H_6O_6^{2-}$) dapat menghasilkan struktur polimer 2D atau 3D [7] dan memiliki pori yang fleksibel [8]. Selain kompleks Cu(II), ligan tartrat pada kompleks polimer koordinasi seringkali dikembangkan untuk adsorben gas maupun adsorben ion logam karena strukturnya berpotensi memiliki rongga [9].

Untuk lebih memperkuat struktur polimer koordinasi 3D, dapat dilakukan penambahan ko-ligan netral dari molekul organik yang diperolehnya struktur dengan rongga yang lebih besar. Beberapa molekul organik netral yang dapat dijadikan pilar adalah pirasina ($C_4H_4N_2$), asetilpirasina ($C_4H_3N_2COCH_3$), 4,4'-bipiridina ($C_5H_4N-C_5H_4N$), pirasinamida ($C_4H_3N_2-CONH_2$), niasinamida ($C_5H_4N-CONH_2$), dan lain-lain. Dalam penelitian ini, pirazina diusulkan untuk digunakan sebagai pilar karena pirazina merupakan ligan



netral semi-rigid yang mempunyai struktur yang lebih kaku sehingga kompleks akan memiliki rongga yang lebih besar yang mampu meningkatkan kapasitas adsorpsi dan efisiensi pemisahan [10]. Molekul organik seperti pirazina ($C_4H_4N_2$) merupakan salah kandidat ko-ligan yang tepat untuk digunakan pada penelitian ini karena struktur pirazina lebih kaku dengan bentuk seperti cincin siklik-6 dengan dua atom N dengan posisi para sehingga juga mudah untuk berkoordinasi dengan atom pusat dan bertindak sebagai ligan jembatan. Ligan jembatan merupakan salah satu komponen utama dalam pembentukan kerangka 3D [11]. Alasan lain dipilihnya pirazina karena kompleks Cu(II)-tartrat-pirazina (selanjutnya disingkat sebagai CuTP) belum pernah disintesis sebelumnya.

Dalam penelitian ini, ion logam Cu(II) dipilih untuk dikaji karena senyawa kompleks Cu(II)-tartrat yang dihasilkan di penelitian sebelumnya hanya memiliki struktur lembaran 2D [12]. Untuk meningkatkan dimensi struktur dari 2D ke 3D dan membuka peluang pori dengan ukuran yang lebih besar, dapat ditambahkan ko-ligan dari molekul organik netral yang dapat menjembatani lembaran-lembaran 2D tersebut. Penggunaan pirazina, selain untuk memperkuat kerangka dan memperbesar rongga, diharapkan juga dapat bertindak sebagai ligan jembatan sehingga diperoleh senyawa yang memiliki struktur 3D dan berpori.

Senyawa kompleks dengan ligan tartrat dapat disintesis dengan beberapa seperti metode solvotermal, metode larutan, dan metode gel [13]. Metode larutan memiliki peluang kecil dalam menghasilkan kristal tunggal kompleks logam tartrat yang berkualitas baik karena banyak kompleks tartrat sebagian larut dalam air dan dapat membentuk produk amorf [14]. Meskipun demikian, metode ini merupakan metode yang paling sederhana dan juga dapat dilakukan di suhu ruang sehingga lebih hemat energi, serta tidak membutuhkan perangkat-perangkat yang rumit. Untuk meningkatkan potensi pembentukan produk berupa kristal maka perlu digunakan teknik sintesis yang tepat. Pada penelitian ini, teknik *layered solution* (larutan berlapis) dipilih untuk meningkatkan peluang diperolehnya produk berupa kristal karena laju difusi antar ion logam dengan ion tartrat dapat dihambat dengan penambahan larutan antara [15].

Selain teknik sintesis, sintesis polimer koordinasi juga dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain jenis ion logam yang

dipakai, variasi rasio mol reaktan, jenis dan sifat ligan dan ko-ligan yang dipakai, jenis pelarut, suhu, pH, anion, bentuk wadah, lama waktu reaksi, dan lain-lain [16]. Faktor – fator tersebut dapat bersifat saling terkait (*dependent*) maupun tidak saling terkait (*independent*) tergantung kondisi dan senyawa yang ingin dihasilkan. Reaksi yang berbeda akan memberikan pengaruh yang berbeda pula. Oleh karena itu hasil studi tentang faktor-faktor yang mempengaruhi komposisi, struktur, dan sifat senyawa kompleksnya dapat bervariasi.

Dalam penelitian ini, rasio mol dari reaktan dan anion dari garam logam dipilih karena rasio mol merupakan faktor penting yang menentukan pola topologi dari polimer koordinasi berdasarkan stoikiometri dari reaktan [17]. Penggunaan rasio mol yang berbeda dapat memberikan senyawa dan rendemen yang berbeda. Sedangkan penggunaan garam logam yang berbeda (garam Cu(II) dengan anion berbeda) juga dapat memberikan hasil yang berbeda, anion dari garam logam dapat bertindak sebagai ligan maupun sebagai ion penyeimbang di kisi kristalnya (ion bebas).

Berdasarkan latar belakang di atas, penelitian ini akan mengkaji sintesis polimer koordinasi Cu(II) dengan ligan campuran tartrat dan pirazina menggunakan metode larutan (khususnya dengan teknik larutan berlapis). Selain itu, pengaruh rasio mol reaktan dan garam logam terhadap keberhasilan senyawa target juga akan dikaji.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

1. Apakah kompleks Cu(II) dapat disintesis dengan ligan campuran tartrat dan pirazina?
2. Bagaimana hasil karakterisasi dari senyawa kompleks yang dihasilkan?
3. Bagaimana pengaruh rasio mol Cu(II):T:P terhadap senyawa kompleks yang dihasilkan?
4. Bagaimana pengaruh anion dari garam Cu(II) terhadap senyawa kompleks yang dihasilkan?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini antara lain:

1. Rasio mol Cu(II):T:P yang digunakan adalah 1:1:2 dan 1:1:4.
2. Garam Cu(II) yang digunakan adalah tembaga(II) nitrat, tembaga(II) sulfat, dan tembaga(II) klorida.
3. Sintesis dilakukan dengan pelarut air dan metanol selama 21 hari pada suhu ruang.
4. Karakterisasi dilakukan pada reaksi yang menghasilkan produk berupa padatan dengan menggunakan FTIR, uji titik leleh, uji perak nitrat, dan uji SEM-EDS.
5. Sintesis dianggap berhasil apabila produk padatan merupakan senyawa CuTP.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mensintesis kompleks Cu(II) dengan ligan campuran tartrat dan pirazina.
2. Mengkarakterisasi dan mengidentifikasi produk padatan yang dihasilkan.
3. Mempelajari pengaruh rasio mol Cu(II):T:P terhadap terhadap senyawa kompleks yang dihasilkan.
4. Mempelajari pengaruh anion dari garam Cu(II) terhadap senyawa kompleks yang dihasilkan.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini adalah diperolehnya formulasi yang tepat dalam mensintesis senyawa kompleks Cu(II) dengan ligan campuran tartrat dan pirazina yang memiliki struktur 3D yang lebih stabil dan memiliki pori yang lebih besar sehingga berpotensi untuk dikembangkan sebagai adsorben, maupun sebagai material fungsional lainnya seperti antibakteri, fotokatalis, dan lain-lain.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tembaga(II) dan Senyawanya

Tembaga merupakan salah satu logam yang sangat berperan penting bagi manusia dan sudah digunakan sejak 10.000 tahun. Tembaga sering ditemukan di alam bebas dalam bentuk senyawa yang umumnya terkandung dalam mineral. Tembaga merupakan logam transisi blok d (Golongan 1 B) yang memiliki simbol Cu dengan nomor atom 29 dan mempunyai oksidasi paling tinggi dari tembaga dalam bentuk senyawa yaitu dengan tingkat oksidasi dari 0 sampai 2+. Tembaga dalam bentuk fisiknya berwarna coklat kemerahan mudah regang dan mudah ditempa. Tembaga bersifat racun bagi makhluk hidup dan mempunyai titik lebur sebesar 1084.62°C serta titik didih sebesar 2562°C. Pengaplikasian terbesar dari tembaga yaitu digunakan sebagai kabel listrik, zat warna dalam industri cat, mesin industri dan lain-lain [18].

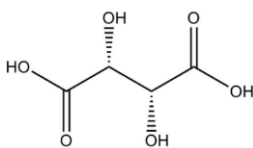
Penelitian menggunakan tembaga (Cu) sebagai atom pusat merupakan penelitian yang paling sering digunakan untuk menghasilkan senyawa kompleks yang stabil dan kuat. Senyawa kompleks yang dianggap stabil merupakan senyawa kompleks yang berbentuk khelat dan bisa dijadikan sebagai katalis. Penelitian sebelumnya sudah berhasil menggunakan atom pusat Cu(II) dengan ligan Etilendiamin tetraasetat (EDTA) dan sulfanilamid ($C_6H_8N_2O_2S$) menggunakan metode variasi kontinu [19]. Pada penelitian Rashidipour, dkk., 2017 [7] logam tembaga yang di kombinasikan dengan ligan tartrat membentuk polimer koordinasi 2D yang dihubungkan oleh ikatan hidrogen $O-H\cdots O$. Atom Cu(II) dikelat oleh ligan tartrat menggunakan atom oksigen karboksilat dan atom oksigen hidroksil sehingga membentuk senyawa kompleks polimer koordinasi yang bersifat stabil.

2.2 Senyawa Tartrat

Ion Tartrat ($C_4H_4O_6^{2-}$) merupakan garam atau ester dari asam tartrat organik dan asam karboksilat yang mempunyai nilai $pK_{a1} = 3,04$ dan $pK_{a2} = 4,37$. Bentuk utama tartrat yang digunakan umumnya berbentuk kristal. Kristal tartrat mempunya banyak



kegunaan sebagai dielektrik, ferroelektrik dan bahan piezoelektrik. Beberapa senyawa tartrat juga berperan penting dalam bidang medis, farmasi dan bidang industri [12]. Sintesis kompleks polimer koordinasi menggunakan asam tartrat akan lebih ideal karena memiliki dua gugus hidroksil dan dua gugus karboksil. *Yaghi, dkk., 2003* [20] mengungkapkan bahwa sejumlah besar gugus hidroksil atau karboksil dapat memperkuat SBU untuk meningkatkan kekuatan struktural kompleks polimer koordinasi [20, 21]. Asam tartrat mempunyai kelarutan tinggi dalam air, mudah larut dalam etanol 95%, dan sukar larut dalam eter [22]. Asam tartrat mudah terdekomposisi sebelum titik leburnya oleh karena itu sintesis kompleks polimer koordinasi untuk membentuk senyawa kompleks Cu(II) dengan ligan campuran tartrat dan pirazina menggunakan metode larutan dan tidak menggunakan metode penguapan atau metode peleburan.



Gambar 2.1 Struktur Asam Tartrat [23]

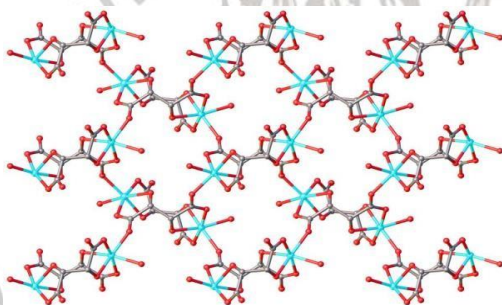
Beberapa kemungkinan pola struktur ikatan koordinasi antara ligan tartrat dengan logam Cu(II) sebagai atom pusat ditunjukkan pada **Gambar 2.2** [24].



Gambar 2.2 Pola struktur koordinasi tartrat dengan logam Cu(II) [24]

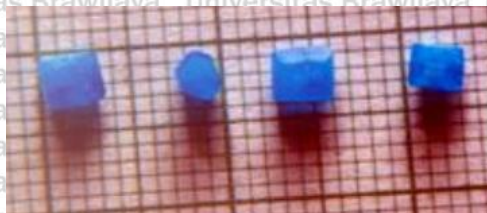
Khunur & Prananto (2018) [24] telah melaporkan bahwa polimer koordinasi Cu(II) tartrat hidrat berhasil diperoleh menggunakan teknik lapisan dan penguapan lambat pada suhu kamar. Sumber ion tartrat dalam reaksi dapat mempengaruhi proses

kristalisasi. Prosedur ini sangat mudah, tidak memakan banyak waktu, membutuhkan lebih sedikit bahan kimia dan peralatan dibandingkan metode gel atau hidrotermal. Pencampuran Cu(II) dengan tartrat hidrat menampilkan struktur polimer 2D yang didapatkan disajikan pada **Gambar 2.3**.



Gambar 2.3 Struktur kristal 2D yang terdiri dari ion tartrat dan tembaga (II) menggunakan metode larutan[24]

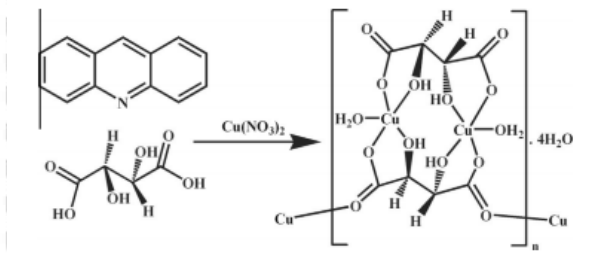
Jethva (2016) telah melaporkan bahwa kristal tembaga tartrat berhasil disintesis menggunakan metode gel dan membentuk kompleks polimer 2D dari pencampuran larutan CuSO_4 1M dengan asam tartrat yang dicampur dengan larutan natrium metasilikat untuk membuat gel. Hasil dari metode ini berupa kristal tembaga(II) tartrat dengan warna biru muda yang ditunjukkan pada **Gambar 2.4** [25].



Gambar 2.4 Kristal tembaga(II)-tartrat menggunakan metodel gel

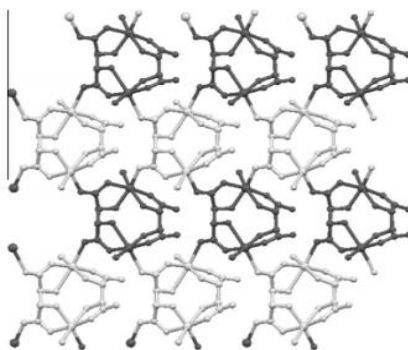
Rashidipour (2017) [7] telah melaporkan bahwa kristal tembaga(II) tartrat diperoleh dari pencampuran larutan $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dengan asam tartrat dan *acridine* yang dipanaskan pada suhu 80°C selama 1 jam dan hanya membentuk kompleks polimer 2D dengan rumus molekul $\{[\text{Cu}_2(\text{tart})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}\}_n$. Persamaan reaksi sederhana antara ion tembaga(II) dan tartrat di

penelitian Rashidipour adalah sebagai berikut [7]:



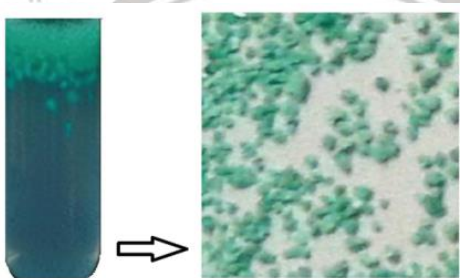
Gambar 2.5 Persamaan reaksi ion tembaga(II)-tartrat

Kristal yang berwarna biru prisma dari polimer dengan penguapan pelarut yang lambat pada suhu kamar dihasilkan setelah 2 minggu. Struktur dari kompleks yang didapatkan disajikan pada **Gambar 2.6** [7]



Gambar 2.6 Struktur polimer 2D yang terdiri dari ion tartrat dan tembaga(II) hasil sintesis menggunakan metode larutan.

Sedangkan pada penelitian Aripnammal (2019) [12] telah melakukan sintesis tembaga(II)-tartrat menggunakan metode gel. Hasil dari metode ini berupa kristal tembaga(II) tartrat murni dengan warna hijau kebiruan yang ditunjukkan pada **Gambar 2.7** [12]

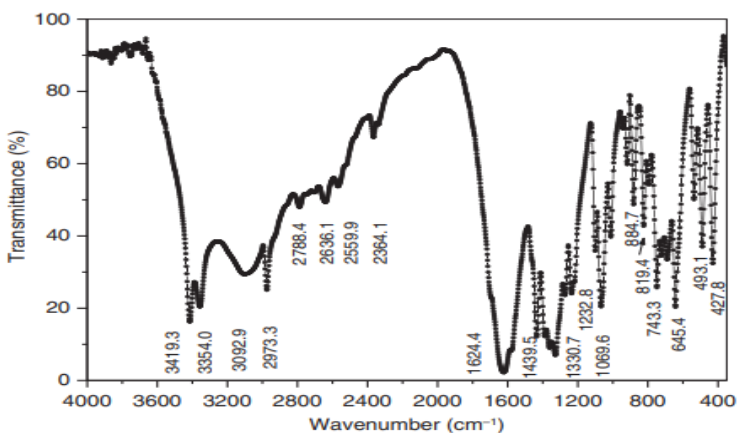


Gambar 2.7 Kristal tembaga tartrat menggunakan metode gel

Dengan persamaan reaksi sederhana antara ion Tembaga(II)-Tartrat untuk pembentukan kristal adalah sebagai berikut: [12]



Aripionnammal (2009) [12] juga melaporkan hasil analisis kristal tembaga tartrat tersebut dengan spektroskopi inframerah yang hasilnya disajikan pada **Gambar 2.8**, dimana menunjukkan palung lebar antara 3646 dan 2025 cm^{-1} yang mengindikasikan ikatan O-H dan keberadaan hidrat dari senyawa tersebut. Selain itu juga muncul pita pada daerah sidik jari yang merupakan karakteristik dari kompleks ion logam. Hasil interpretasi dari spektra IR ditampilkan pada **Tabel 2.1** [12].

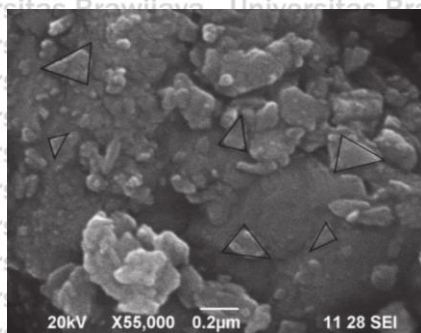


Gambar 2.8 Spektrum FTIR dari tembaga(II)-tartrat [12]

Tabel 2. 1 Interpretasi FTIR dari tembaga(II)-tartrat [12]

S. No.	Frequency (cm ⁻¹)	Assignments [26, 28, 29]
1	3419.3	O-H stretching
2	3354.0	O-H stretching
3	3092.9	O-H stretching
4	2973.3	O-H stretching
5	2788.4	O-H stretching
6	2636.1	O-H stretching
7	2559.9	O-H stretching
8	2364.1	O-H stretching
9	1624.4	C-O stretching
10	1439.5	O-H stretching
11	1330.7	C-O stretching
12	1232.8	C-O stretching
13	1069.6	C-O stretching
14	884.7	Cu(II) complex
15	819.4	Cu(II) complex
16	743.3	Cu(II) complex
17	645.4	Cu(II) complex
18	493.1	Cu(II) complex
19	427.8	Cu(II) complex

Aripionammal (2009) [12] juga melaporkan hasil karakterisasi tembaga(II)-tartrat menggunakan instrumen SEM-EDS, dan hasil nya menunjukkan distribusi yang lemah dan tipe partikel yang dihasilkan membentuk hampir segitiga dengan ukuran partikel 87 nm. Partikel tersebut tertanam dalam struktur seperti batuan. Bentuknya menyerupai batu karang karena ditanam dengan metode pertumbuhan gel. **Gambar 2.8** [12] menunjukkan dengan jelas penampakan partikel seperti bunga karang.



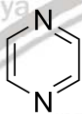
Gambar 2.9 SEM-EDS dari tembaga(II)-tartrat pada perbesaran 55.000x.

Tabel 2. 2 Penelitian kompleks Cu(II)-tartrat

No	Kompleks	Rincian sintesis
1.	$\{[\text{Cu}_2(\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6)_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 4 \text{H}_2\text{O}\}_n$ [7]	Bahan yang digunakan : Cu(NO ₃) ₂ ·3H ₂ O; asam tartrat, pelarut air dan metanol; Acridina Metode yang digunakan : metode larutan dengan 1:2:4 (Cu:AT:L), L= ligan
2.	CuC ₄ H ₄ O ₆ [12]	Bahan yang digunakan : Na ₂ SiO ₃ , Asam tartrat, CuCl ₂ Metode yang digunakan : metode gel dengan Na ₂ SiO ₃ + asam tartrat, CuCl ₂
3.	$\{[\text{Cu}_2(\mu\text{-C}_4\text{H}_4\text{O}_4)(\mu^4\text{-C}_4\text{H}_4\text{O}_6)(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 4 \text{H}_2\text{O}\}_n$ [24]	Bahan yang digunakan : asam tartrat, Cu(NO ₃) ₂ ·3H ₂ O Metode yang digunakan: metode Larutan
4.	$[\text{Na}_2\text{Cu}_2(\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6)_3(\text{H}_2\text{O})_3]_n \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ [26]	Bahan yang digunakan: asam tartrat, CuCl ₂ ·2H ₂ O, Na ₂ SiO ₃ , H ₄ SiO ₄ , NaOH, NaCl Metode yang digunakan: metode Gel
5.	$[\text{Cu}(\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6) \cdot \text{H}_2\text{O}] \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ [27]	Bahan yang digunakan: natrium tartrat, CuCl ₂ ·2H ₂ O, Air (pelarut), natrium karbonat. Metode yang digunakan: metode larutan

2.3 Senyawa Pirazina

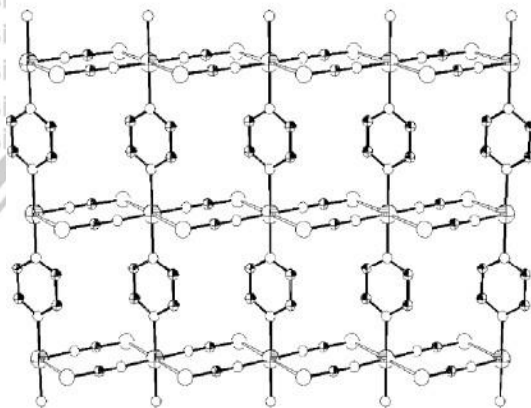
Pirazina merupakan senyawa yang memiliki banyak nama lain (1,4-diazabenzena, *p*-diazina, 1,4-diazina, paradiazina) dan merupakan senyawa organik aromatik heterosiklik dengan rumus molekul C₄H₄N₂ yang memiliki bentuk kristal putih ini mempunyai berat molekul 80,09 g/mol dengan titik leleh 52°C dan titik didih 115°C.



Gambar 2.10 Struktur senyawa pirazina [11]

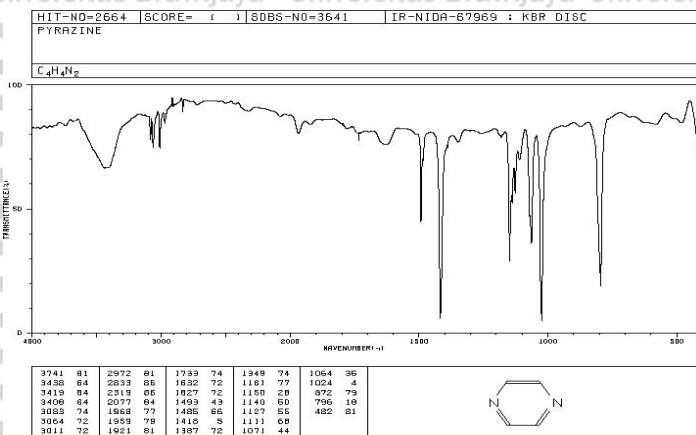
Ligan berbasis pirazina menarik banyak perhatian di bidang koordinasi karena kemungkinan koordinasi cincin pirazina yang berbeda. Modus koordinasi cincin pirazina bergantung pada konstanta pengikatan yang bervariasi bergantung pada keasaman Lewis pusat logam dan energi konformasi ligan. Ditemukan bahwa konformer dari ligan berbasis pirazina di mana cincin pirazina bertindak sebagai jembatan karena hambatan sterik memiliki energi konformasi tertinggi dan juga karena cincin pirazin adalah ligan penghubung yang lemah. Karena sifat fisik-kimia yang menarik, kompleks logam transisi adalah bahan yang menarik untuk aplikasi dalam berbagai bidang seperti katalisis, elektronik atau kedokteran [28]. Pirazina larut dalam air dan banyak digunakan sebagai antitumor, antibiotik, dan diuretik dan merupakan sebuah komponen yang digunakan untuk ramuan obat tradisional Tiongkok.

Senyawa pirazina mempunyai beberapa pola koordinasi yang dapat bertindak sebagai ligan jembatan melalui ligan piridil tambahan yaitu atom nitrogen dan atom oksigen dari karbonil [29]. Contoh kompleks Cu(II)-Pirazina menggunakan metode larutan dengan rumus molekul $\text{Cu}(\text{NCS})_2(\text{pyz})$ yang tertera pada **Gambar 2.11** [30].



Gambar 2.11 Struktur dari Cu(II)-Pirazina

Senyawa pirazina memiliki gugus-gugus khas yang muncul pada spektra inframerah. Pada spektrum FT-IR pirazina menunjukkan adanya serapan kecil pada daerah $3700-3200\text{ cm}^{-1}$ yang cukup sedikit melebar. Selanjutnya terdapat pita serapan yang tajam pada daerah $1600-1350\text{ cm}^{-1}$, pada daerah $1200-900\text{ cm}^{-1}$, dan pada daerah $850-700\text{ cm}^{-1}$. Berikut merupakan informasi hasil analisis dengan spektroskopi inframerah yang disajikan pada **Gambar 2.12**.



Gambar 2.12 Spektrum FTIR Pirazina

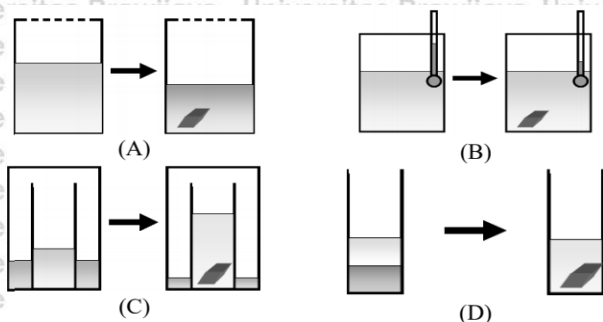
Tabel 2.3 Penelitian kompleks Cu(II)-pirazina

No	Kompleks	Rincian sintesis
1	$\{[\text{Cu}_2(\text{H}_4\text{tpmm})_2(\text{pz})_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot 5 \text{H}_2\text{O}\}_n$ *H ₄ tpmm = H ₄ -(2,4,6-) tris (phosphorylmethyl) mesitylene [30]	Bahan yang digunakan: Cu(NO ₃) ₂ ·3H ₂ O; Etanol (Pelarut), Air (Pelarut), Pyrazine, H ₆ tpmm Metode yang digunakan: Metode larutan
2	a-Cu(dca) ₂ (pyz) [31]	Bahan yang digunakan: Cu(NO ₃) ₂ ·3H ₂ O; Etanol (Pelarut), Air (Pelarut), Na-dca, pirazina Metode yang digunakan: Metode larutan
3	Cu(NCS) ₂ (pyz) [32]	Bahan yang digunakan: Cu(NO ₃) ₂ ·3H ₂ O, NH ₄ NCS, Air (Pelarut), Pyrazina Metode yang digunakan: Metode larutan

2.4 Metode Sintesis

Sintesis kompleks polimer koordinasi dapat disintesis dengan berbagai metode. Antara lain : metode penguapan pelarut dari larutan reaktan, pelapisan larutan, atau difusi reaktan yang lambat, sintesis elektrokimia, mekanokimia, sonokimia serta konsep-konsep seperti pendekatan prekursor atau sintesis penghubung in situ [33]. Senyawa kompleks berligan tartrat dapat dilakukan sintesis dengan metode solvotermal, metode larutan, dan metode gel [13]. Metode solvotermal menggunakan suhu tinggi yang dapat menyebabkan dekomposisi tartrat sehingga menurunkan hasil dan memerlukan instrumen canggih khusus yang berbiaya tinggi. Metode gel merupakan metode yang sebagian besar senyawa seperti kompleks berligan tartrat larut sebagian dalam air dan menghasilkan rendemen yang tinggi serta membentuk kristal yang besar. Namun metode ini memerlukan waktu yang cukup lama dan memiliki tahapan yang banyak sehingga dinilai kurang efektif dalam mensintesis senyawa tartrat [13].

Pada penelitian [7] mensintesis menggunakan metode larutan dan berhasil menghasilkan senyawa polimer 2D. Salah satu metode larutan yang digunakan pada penelitian ini adalah teknik Bench-Top, metode ini merupakan metode yang paling sederhana dan tidak memerlukan peralatan yang mahal untuk menumbuhkan kristal dalam larutan. Metode ini mencakup (A) penguapan lambat atau penguapan lambat, (B) pendinginan lambat atau pendinginan lambat, (C) difusi uap, dan (D) difusi larutan atau difusi larutan untuk ilustrasi setiap metode yang ditunjukkan pada **Gambar 2.13** [15]. A adalah cara termudah untuk dilakukan, tetapi membutuhkan waktu lama karena penguapan terjadi secara perlahan. Metode B membutuhkan suhu tinggi untuk menumbuhkan kristal. Sedangkan metode C dan D memiliki konsep yang hampir sama, pada metode C salah satu pelarut harus memiliki laju penguapan yang tinggi agar dapat berdifusi ke pelarut lain. Sedangkan pada metode D, salah satu pelarut harus memiliki tingkat densitas yang tinggi agar dapat berdifusi. Metode difusi solusi mudah dilakukan karena metode ini menggunakan proses yang mudah dan tidak memerlukan instrumen khusus. Meskipun membutuhkan waktu lama dan kristal yang dihasilkan sedikit, parameternya mudah dikontrol dan tidak jarang menghasilkan kristal berkualitas tinggi. Namun dalam menggunakan metode ini, sulit untuk menemukan pelarut yang sesuai sehingga pertumbuhan kristal tidak mudah terjadi [15].



Gambar 2.13 Skema empat metode pertumbuhan kristal

Pada umumnya, metode terbaik untuk menumbuhkan kristal berkualitas tinggi dengan metode larutan adalah dengan menggunakan sistem pelarut biner, contohnya air dan metanol.

Kedua pelarut ini dipilih karena dapat bercampur dengan baik. Senyawa yang akan dikristalisasi harus larut disalah satu pelarut. Kristal dapat ditumbuhkan dengan mencampurkan larutan yang memiliki densitas dan indeks kepolaran yang berbeda secara perlahan sehingga dapat membentuk lapisan. Data densitas dan indeks kepolaran dari air dan metanol disajikan pada **Tabel 2.4**. Pencampuran secara perlahan dapat terjadi dalam difusi cair-cair, difusi gas, atau melalui membran. Kristal yang terbentuk secara perlahan biasanya bentuknya jauh lebih baik dibanding dengan yang terbentuk secara cepat seperti menggunakan perubahan temperatur [15].

Tabel 2. 4 Densitas dan indeks kepolaran dari air dan metanol

Parameter	Air	Metanol	Referensi
Densitas (g/cm)	1,00	0,791	[34]
Indeks Kepolaran	10,2	5,1	[35]

BAB III

METODE PENELITIAN

1.1 Alat dan Bahan Penelitian

1.1.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari gelas beaker 100 ml, tabung reaksi 15 ml ($d = 1,5$ cm), pipet tetes, pengaduk elektrik dan batang magnet, gelas arloji, corong gelas, botol plastik *presstop* 30 ml ($d=1,2$ cm), gelas ukur 25 ml, batang pengaduk, erlenmeyer 250 ml, timbangan analitik, oven dan desikator. Untuk karakterisasi hasil yang telah disintesis, instrumentasi yang digunakan di antaranya Spektrofotometer inframerah (IR Spirit-TS Shimadzu), *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS) FEI Quanta FEG 650, dan *Melting Point Apparatus* InnoTech DMP800.

1.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini diantaranya padatan $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, asam-L-tartrat, pirazina, metanol, dan aquades.

1.2 Tempat dan Waktu Penelitian

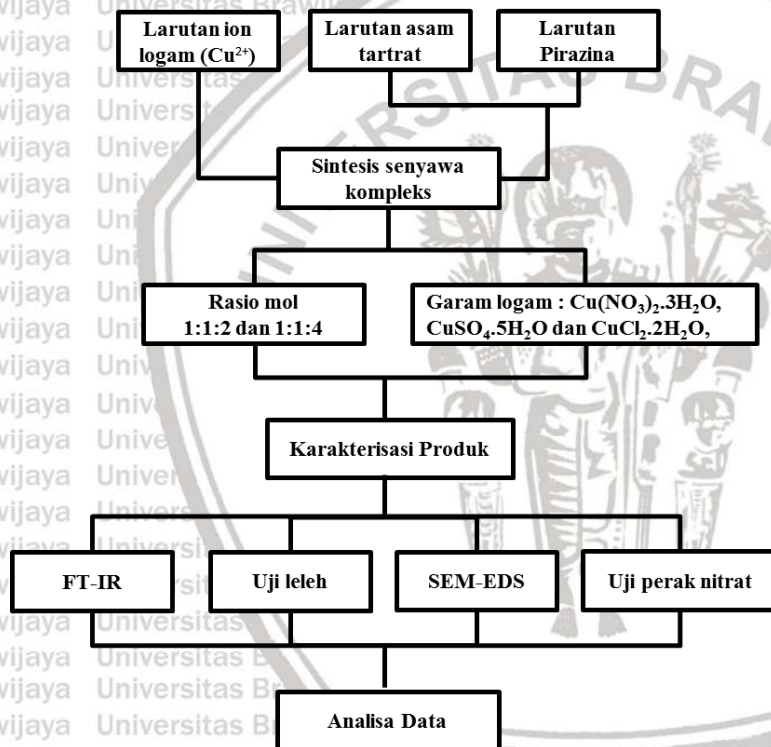
Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Dasar Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya Malang pada bulan Februari hingga Juni 2021. Untuk analisis FT-IR dilakukan di Laboratorium Instrumentasi, SEM-EDS akan dilakukan di Laboratorium Sentral Ilmu Hayati (LSIH) Universitas Brawijaya Malang, dan uji titik leleh dilakukan di Laboratorium Kimia Dasar FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang.

1.3 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Preparasi larutan
2. Sintesis senyawa kompleks
3. Karakterisasi produk
4. Analisa data.

1.4 Diagram Alir



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

1.5 Prosedur Kerja

1.5.1 Preparasi Larutan

Preparasi larutan dibagi menjadi tiga bagian, yaitu pembuatan larutan logam, pembuatan larutan antara, dan pembuatan larutan ligan. Sebelum preparasi larutan dilakukan, botol reaksi diberi kode ACP-1 sampai dengan ACP-5 terlebih dahulu. Pemberian kode pada botol reaksi dilakukan karena pada penelitian ini menggunakan 5 rasio mol yang berbeda sebagai pembanding. Untuk rincian seri reaksi yang dilakukan pada penelitian ini, disajikan pada **Tabel 3.1**.

Tabel 3. 1 Rangkaian seri reaksi sintesis senyawa kompleks Cu(II)

Kode	Rasio Mol Cu(II):T:P	Lapisan bawah (pelarut air)	Lapisan atas (pelarut metanol)	Waktu Sintesis
ACP-1	1:1:2	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	Tatrat+Pirazina	21 hari
ACP-2	1:1:4	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$		
ACP-3	1:1:2	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$		
ACP-4	1:1:4	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$		
ACP-5	1:1:2	$\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$		

* Satuan mmol

** T = Asam Tartrat; P = Pirazina

1.5.1.1 Preparasi ACP-1

Disiapkan padatan $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,1208 gram (0,5 mmol) yang ditambahkan aquades sebanyak 5 mL untuk lapis paling bawah kemudian dimasukkan ke botol reaksi. Setelah itu disiapkan larutan antara yang menggunakan campuran dari air dan metanol dengan perbandingan 3:1 sebanyak masing-masing 12 mL dan 4 mL. Disiapkan Larutan ligan untuk lapis paling atas menggunakan asam tatrat sebanyak 0,075 gram (0,5 mmol) yang dilarutkan dengan metanol sebanyak 5 mL kemudian dicampurkan dengan Pirazina sebanyak 0,08 gram (1 mmol).

1.5.1.2 Preparasi ACP-2

Disiapkan padatan $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,1208 gram (0,5 mmol) yang ditambahkan aquades sebanyak 5 mL untuk lapis paling bawah kemudian dimasukkan ke botol reaksi. Setelah itu disiapkan larutan antara yang menggunakan campuran dari air dan metanol dengan perbandingan 3:1 sebanyak masing-masing 12 mL dan 4 mL. Disiapkan Larutan ligan untuk lapis paling atas menggunakan asam tatrat sebanyak 0,075 gram (0,5 mmol) yang dilarutkan dengan metanol sebanyak 5 mL kemudian dicampurkan dengan Pirazina sebanyak 0,16 gram (2 mmol).

1.5.1.3 Preparasi ACP-3

Disiapkan padatan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,124 gram (0,5 mmol) yang ditambahkan aquades sebanyak 5 mL untuk lapis paling bawah kemudian dimasukkan ke botol reaksi. Setelah itu disiapkan larutan

antara yang menggunakan campuran dari air dan metanol dengan perbandingan 3:1 sebanyak masing-masing 12 mL dan 4 mL. Disiapkan Larutan ligan untuk lapis paling atas menggunakan asam ttrat sebanyak 0.075 gram (0.5 mmol) yang dilarutkan dengan metanol sebanyak 5 mL kemudian dicampurkan dengan Pirazina sebanyak 0.08 gram (1 mmol).

1.5.1.4 Preparasi ACP-4

Disiapkan padatan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,124 gram (0,5 mmol) yang ditambahkan aquades sebanyak 5 mL untuk lapis paling bawah kemudian dimasukkan ke botol reaksi. Setelah itu disiapkan larutan antara yang menggunakan campuran dari air dan metanol dengan perbandingan 3:1 sebanyak masing-masing 12 mL dan 4 mL. Disiapkan Larutan ligan untuk lapis paling atas menggunakan asam ttrat sebanyak 0.075 gram (0.5 mmol) yang dilarutkan dengan metanol sebanyak 5 mL kemudian dicampurkan dengan Pirazina sebanyak 0.16 gram (2 mmol).

1.5.1.5 Preparasi ACP-5

Disiapkan padatan $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,085 gram (0,5 mmol) yang ditambahkan aquades sebanyak 5 mL untuk lapis paling bawah kemudian dimasukkan ke botol reaksi. Setelah itu disiapkan larutan antara yang menggunakan campuran dari air dan metanol dengan perbandingan 3:1 sebanyak masing-masing 12 mL dan 4 mL. Disiapkan Larutan ligan untuk lapis paling atas menggunakan asam ttrat sebanyak 0.075 gram (0.5 mmol) yang dilarutkan dengan metanol sebanyak 5 mL kemudian dicampurkan dengan Pirazina sebanyak 0.08 gram (1 mmol).

1.5.2 Sintesis Senyawa Kompleks

Pembentukan senyawa kompleks Cu(II) dengan ligan campuran tartrat dan pirazina dilakukan dengan sintesis menggunakan metode larutan yang di lapis atau batch yaitu dengan cara lapisan pertama yang merupakan lapisan paling bawah dimasukkan larutan yang mempunyai densitas lebih tinggi pada botol plastik, kemudian untuk lapisan kedua merupakan lapisan antara yang dimasukkan kedalam botol plastik menggunakan pipet tetes secara perlahan dan hati-hati melalui dinding botol plastik, lalu untuk lapisan ketiga yang merupakan lapisan paling atas dimasukkan larutan yang mempunyai densitas lebih rendah pada botol plastik menggunakan pipet tetes

secara perlahan dan hati-hati melalui dinding botol plastik. Setelah memasukkan ketiga lapisan, tutup botol plastik agar tidak terjadi penguapan dan ditunggu selama dua minggu atau lebih pada suhu ruang sampai terbentuknya kristal atau produk padatan. Jika selama dua minggu belum terdapat kristal atau produk padatan dan ketika dibuka tutup botol plastik juga tidak terbentuk kristal atau produk padatan maka larutan dilakukan pengecekan pH.



Gambar 3.2 Ilustrasi teknik larutan berlapis

Setelah terbentuknya kristal pada metode batch, kristal yang terbentuk dipisahkan dari botol plastik dengan cara difiltrasi menggunakan kertas saring. Dengan cara hasil kristal yang terbentuk dan sisa larutan dituangkan ke corong gelas yang sudah dilapisi kertas saring, yang mana kertas saring yang dipakai sebelumnya ditimbang massanya terlebih dahulu agar bisa menghitung massa kristal yang disaring. Setelah dimasukkan ke dalam corong gelas dilakukan pembilasan menggunakan air beberapa kali sampai residu pada bagian atas kristal sudah hilang. Jika kristal yang dihasilkan berukuran besar tidak perlu dengan cara filtrasi, cukup diambil menggunakan pinset.

Selanjutnya kristal yang telah disaring, dikeringkan pada suhu ruang selama 2 x 24 jam. Kemudian kristal disimpan dalam desikator selama 24 jam. Kristal yang sudah kering ditimbang massa dan disimpan untuk kebutuhan karakterisasi. Jika massa kristal yang dihasilkan sedikit bisa dilakukan pengulangan prosedur pembuatan kristal sampai massa yang dibutuhkan untuk karakterisasi cukup.

1.5.3 Karakterisasi Produk

Sintesis senyawa kompleks Cu(II) dengan ligan campuran tartrat dan pirazina yang telah menghasilkan padatan kristal selanjutnya dilakukan karakterisasi menggunakan empat instrumen, yaitu FTIR, Melting Point Apparatus, uji perak nitrat, dan SEM-EDS.

Untuk analisis IR, karakterisasi menggunakan metode pelet KBr yang memerlukan 5-10 mg sampel yang dihaluskan bersama dengan 100 mg KBr lalu dicetak menjadi bentuk pelet. Selanjutnya sampel dianalisis pada frekuensi $400-4000\text{ cm}^{-1}$.

Untuk analisis Melting Point Apparatus (titik leleh), sampel akan diuji pada kisaran suhu 25°C sampai 400°C dengan kenaikan suhu 10°C per menit. Lalu sampel yang akan dianalisis dimasukkan kedalam pipa kapiler lalu diletakkan di tempat sampel yang terdapat pada perangkat uji titik leleh. Kemudian amati perubahan fasa yang terjadi pada sampel yang diuji hingga suhu 400°C .

Untuk analisis menggunakan SEM-EDS, sampel yang akan diuji dihilangkan terlebih dahulu kandungan airnya menyebabkan proses pengamatan terganggu. Setelah itu sampel direkatkan pada sample holder yang terbuat dari logam dengan bantuan perekat karbon. Kemudian sample holder dimasukkan kedalam SEM-EDS untuk dianalisis dengan menggunakan tegangan akselerasi 0-20 ke V untuk menentukan komposisi yang akan diukur.

Untuk uji presipitasi dengan perak nitrat, uji ini membantu ketiga karakterisasi analisis sebelumnya. Uji presipitasi ini menunjukkan peran anion dalam senyawa kompleks. Sampel yang akan diuji diambil 5 mg kemudian dilarutkan terlebih dahulu menggunakan 3 mL air. Setelah larut sempurna dimasukkan larutan AgNO_3 0,5 M sebanyak 0,5 mL. Kemudian amati perubahan yang terjadi pada sampel yang diuji. Apabila warna larutan tetap bening maka anion pada senyawa tersebut bertindak sebagai ligan senyawa kompleks. Namun jika larutan berwarna putih keruh (putih susu) maka anion pada senyawa tersebut bertindak sebagai ion bebas.

1.5.4 Analisis Data

Data-data yang telah dihasilkan dari penelitian ini, baik data kualitatif maupun kuantitatif, selanjutnya dibandingkan dengan data

terkait dan dibahas secara deskriptif sehingga diperoleh satu informasi umum yang dapat digunakan untuk menjawab perumusan masalah. Perkiraan reaksi yang terjadi selama proses sintesis dan prediksi struktur molekul dari kompleks yang dihasilkan juga diusulkan dan dibahas sehingga memperjelas pembahasan penelitian ini serta memperkuat kesimpulan.



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil dan pembahasan pada penelitian ini disajikan sesuai dengan tahapan penelitian, yaitu preparasi larutan, sintesis senyawa kompleks, karakterisasi produk, dan analisa data. Kendala yang dihadapi pada setiap tahapan penelitian juga akan dibahas sehingga dapat menjadi pertimbangan pada penelitian selanjutnya.

4.1 Preparasi larutan

Preparasi larutan dibagi menjadi tiga bagian yaitu lapisan bawah, lapisan tengah, dan lapisan atas. Lapisan bawah merupakan pembuatan larutan garam logam yang dibuat menggunakan tiga variasi anion yaitu $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, dan $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ menggunakan pelarut air, lapisan tengah merupakan larutan antara yang merupakan gabungan dari kedua pelarut yang digunakan yaitu air dan metanol ($\text{H}_2\text{O}-\text{CH}_3\text{OH}$) dengan perbandingan volume 1:1, dan lapisan atas adalah pembuatan larutan ligan campuran tartrat dan pirazina menggunakan pelarut metanol. Tujuan dari pencampuran larutan tartrat dan pirazina adalah untuk memberikan kesempatan ligan tartrat dan pirazina bersaing bersama-sama berikatan dengan ion logam $\text{Cu}(\text{II})$ membentuk kompleks. Larutan yang telah disiapkan menampilkan warna yang berbeda-beda pada larutan ion logam. Untuk larutan ion logam $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ memiliki warna biru muda, larutan ion logam $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ memiliki warna hijau muda.

Pemakaian pelarut air dan methanol, selain didasarkan pada kemampuan dalam melarutkan bahan kimia yang digunakan juga didasarkan pada kepolaran dan densitasnya. Kepolaran kedua pelarut yang digunakan harus relative sama dan harus saling larut sehingga difusi ion-ion antara lapisan atas dan lapisan bawah dapat bereaksi. Sedangkan, densitas yang digunakan pada lapisan bawah harus lebih tinggi daripada densitas lapisan atas sehingga ketika lapisan atas ditambahkan, larutan tidak saling bercampur.

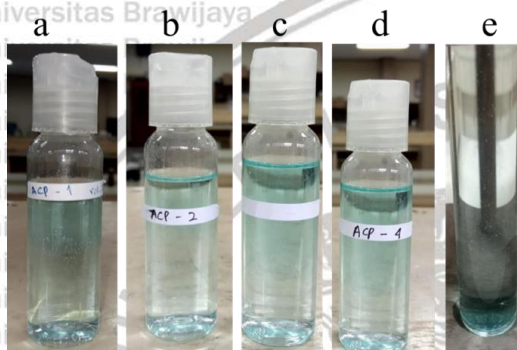
4.2 Sintesis Senyawa Kompleks

Sintesis kompleks $\text{Cu}(\text{II})$ dengan ligan campuran tartrat dan

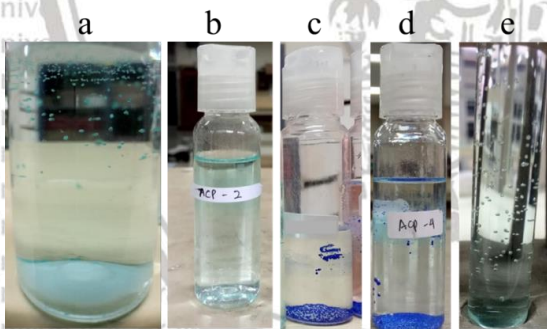
pirazina dilakukan menggunakan metode larutan dengan teknik larutan berlapis (*layered solution*). Metode ini digunakan disesuaikan dengan kondisi dari senyawa kompleks yang menggunakan ligan tartrat kurang stabil apabila dalam suhu tinggi dan memungkinkan terjadinya dekomposisi [23]. Alasan lain teknik larutan berlapis (*layered solution*) dipilih yaitu untuk meningkatkan peluang diperolehnya produk berupa kristal karena laju difusi antar ion logam dengan ligan tartrat dan pirazina dapat dihambat dengan penambahan larutan antara sehingga memberikan kesempatan ligan tartrat dan pirazina bersaing bersama-sama untuk berikatan dengan ion logam Cu(II) membentuk kompleks.

Sintesis senyawa kompleks dilakukan menggunakan dua variasi, yaitu rasio mol dan anion logam. Rasio mol yang digunakan yaitu 1:1:2 dan 1:1:4 (Cu(II):tartrat:pirazina) serta menggunakan variasi anion logam yang berbeda yaitu $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Penggunaan kedua variasi tersebut bertujuan untuk mengetahui pengaruh dari rasio mol dan anion logam yang digunakan terhadap senyawa kompleks yang dihasilkan. Kode reaksi yang digunakan untuk variasi rasio mol maupun anion logam sesuai pada **Tabel 3.1**

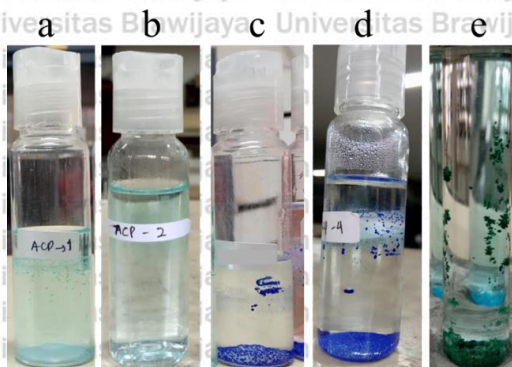
Penampakan pada hari pertama disajikan pada **Gambar 4.1**, pada gambar tersebut untuk kode ACP-1 menunjukan bahwa terdapat dua lapis yang berbeda warna dan terdapat gelembung gas pada dinding botol, dan untuk kode reaksi ACP-2 sampai ACP-5 menunjukan bahwa terdapat dua lapis yang berbeda warna serta belum ada reaksi yang ditunjukkan. Pengamatan pada hari ketujuh disajikan pada **Gambar 4.2**, dari gambar tersebut dapat diamati bahwa pada kode reaksi ACP-1, ACP-3, ACP-4, dan ACP-5 mulai menghasilkan produk padatan di dinding tabung reaksi. Pada hari ke-14 tutup tabung reaksi yang berupa *aluminium foil* dibuka dengan tujuan untuk proses penguapan lambat. Pengamat hari ke-14 ditunjukkan pada **Gambar 4.3**. Pada hari ke-14 produk padatan yang terbentuk pada kode reaksi ACP-1, ACP-3, ACP-4, dan ACP-5 terlihat mulai bertambah dan pada kode reaksi ACP-2 masih belum terbentuk produk padatan.



Gambar 4.1 Penampakan hari pertama pada (a) kode reaksi ACP-1 (b) kode reaksi ACP-2, (c) kode reaksi ACP-3, (d) kode reaksi ACP-4, (e) kode reaksi ACP-5.

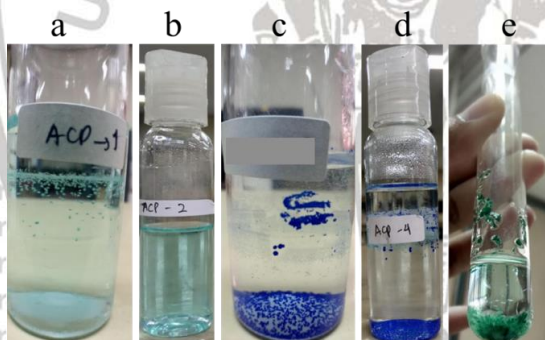


Gambar 4.2 Penampakan hari ketujuh pada (a) kode reaksi ACP-1 (b) kode reaksi ACP-2, (c) kode reaksi ACP-3, (d) kode reaksi ACP-4, (e) kode reaksi ACP-5.



Gambar 4.3 Penampakan hari ke-14 pada (a) kode reaksi ACP-1 (b) kode reaksi ACP-2, (c) kode reaksi ACP-3, (d) kode reaksi ACP-4, (e) kode reaksi ACP-5.

Pada hari ke-21 hasil pengamatannya ditunjukkan oleh **Gambar 4.4**, padatan yang dihasilkan pada kode reaksi ACP-1, ACP-3, ACP-4, dan ACP-5 dipisahkan produk padatannya dengan teknik filtrasi, diangin-anginkan pada suhu ruang dan kemudian dimasukkan ke dalam desikator. Selanjutnya padatan ditimbang hingga konstan, padatan ditunjukkan pada **Gambar 4.5**. Larutan yang tidak menghasilkan produk padatan dan filtrat diukur nilai pHnya. Hasil pengukuran nilai pH dan massa yang didapatkan dirangkum pada **Tabel 4.1**.



Gambar 4.4 Penampakan hari ke-21 pada (a) kode reaksi ACP-1 (b) kode reaksi ACP-2, (c) kode reaksi ACP-3, (d) kode reaksi ACP-4, (e) kode reaksi ACP-5.

Tabel 4. 1 Hasil pengamatan setelah 21 hari

Kode reaksi	Rasio Mol Cu(II):T:P	Hasil pengamatan	pH	Massa (mg)
ACP-1	$\text{Cu(NO}_3)_2 \cdot \text{T:P}$ 1:1:2	Padatan biru muda berbentuk kotak	4	73
ACP -2	$\text{Cu(NO}_3)_2 \cdot \text{T:P}$ 1:1:4	Larutan biru muda	4	-
ACP -3	$\text{CuSO}_4 \cdot \text{T:P}$ 1:1:2	Padatan biru tua berbentuk bulat	4	69
ACP-4-A	$\text{CuSO}_4 \cdot \text{T:P}$ 1:1:4	Padatan biru tua berbentuk bulat	6	160
ACP -4-B		Padatan biru muda berbentuk kotak		
ACP -5	$\text{CuCl}_2 \cdot \text{T:P}$ 1:1:2	Padatan Hijau tua berbentuk panjang runcing	4	76

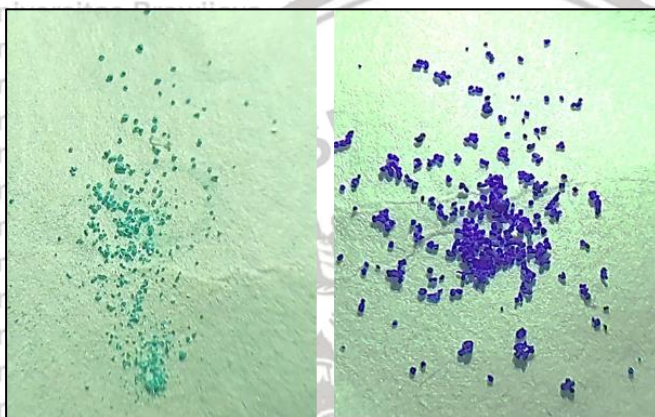
****pH filtrat diukur dengan kertas pH universal**

Percobaan yang belum menghasilkan produk padatan reaksi

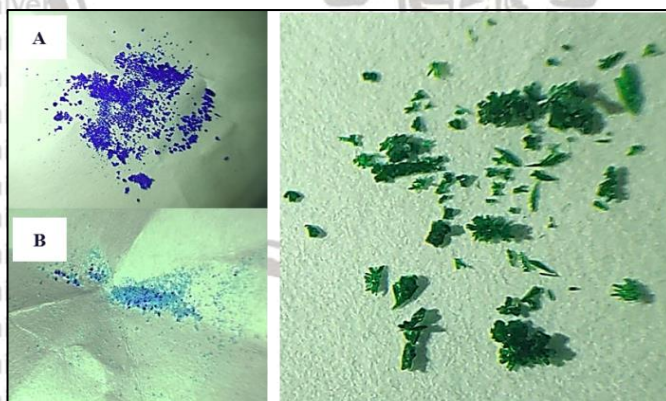
diberi perlakuan tambahan, botol presstop dibuka agar pelarut menguap dan pengamatan dilanjutkan hingga beberapa minggu. Dasar dari perlakuan tambahan ini adalah dugaan bahwa produk padatan belum terbentuk karena kelarutannya cukup tinggi dalam kondisi yang ada sehingga pelarut dikurangi dengan cara penguapan. Konsentrasi yang semakin pekat ini akan memperbesar peluang diperolehnya produk padatan.

Dari tabulasi hasil pengamatan yang tertera pada **Tabel 4.1** dapat diketahui bahwa padatan yang terbentuk pada penggunaan anion sulfat rasio 1:1:4 memiliki massa terbanyak. Pada anion sulfat massa produk semakin meningkat seiring dengan meningkatnya rasio pirazina. Sedangkan pada anion nitrat massa produk semakin berkurang seiring dengan meningkatnya rasio pirazina. Penggunaan anion yang berbeda tidak semua mempengaruhi nilai pH, dimana dengan menggunakan anion klorida, nitrat, dan sulfat rasio 1:1:2 memiliki nilai pH yang lebih asam dibandingkan dengan yang menggunakan anion sulfat rasio 1:1:4. Penggunaan rasio pirazina yang digunakan menghasilkan massa produk yang bervariasi. Berdasarkan pembahasan diatas dapat disimpulkan bahwa massa yang dihasilkan dari variasi anion dan rasio menghasilkan massa produk yang bervariasi dan belum diperoleh korelasinya.

Penampakan fisik dari padatan yang dihasilkan dari ACP-1, ACP-3, ACP-4 dan ACP-5 disajikan di **Gambar 4.5** dan **Gambar 4.6**. Perbedaan morfologi dan warna mengindikasikan perbedaan senyawa yang dihasilkan. Namun, hal ini masih memerlukan analisis lebih lanjut, yaitu dengan analisis spektrometri inframerah, uji titik leleh, dan SEM-EDS karena ada kemungkinan satu senyawa yang sama dapat mengendap atau mengkristal dengan morfologi dan warna yang berbeda (polimorf).



Gambar 4.5 Penampakan fisik padatan setelah dikeringkan (ACP-1 (1:1:2) = kiri dan ACP-3 (1:1:2) = kanan).



Gambar 4.6 Penampakan fisik padatan setelah dikeringkan (ACP-4-A dan ACP-4-B (1:1:4) = kiri dan ACP-5 (1:1:2) = kanan).

4.3 Karakterisasi Produk Padatan

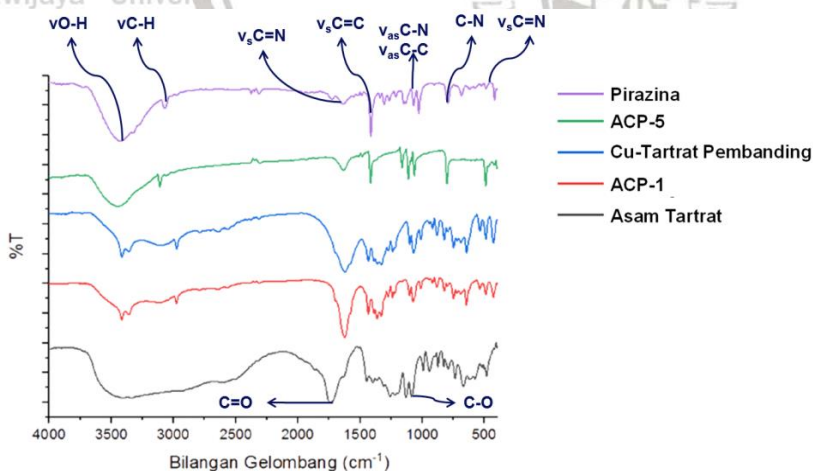
Produk reaksi ACP-1, ACP-3, ACP-4 dan ACP-5 dikarakterisasi dengan instrument FTIR, alat uji titik leleh, SEM-EDS, dan identifikasi anion dengan uji perak nitrat (ACP-4 dan ACP-5).

4.3.1 Hasil Spektroskopi Inframerah (FTIR)

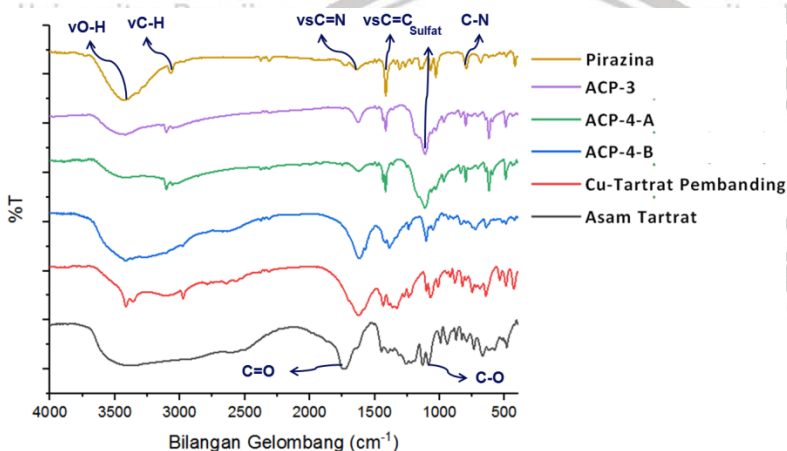
Analisis spektroskopi inframerah dilakukan untuk

identifikasi gugus fungsi yang ada di sampel. Keberadaan gugus-gugus fungsi tersebut mengkonfirmasi ada atau tidak adanya ion tartrat maupun pirazina.

Pita serapan khas dari vibrasi gugus fungsi IR yang diharapkan muncul dari ligan pirazina yaitu puncak dari gugus C=N dan C-N, serta untuk ligan tartrat akan muncul puncak ciri khas serapan dari gugus C=O dan C-O. Karakterisasi gugus fungsi yang ada pada produk dilakukan menggunakan spektrofotometer FTIR. Sampel diuji dengan cara menghaluskan 5-10 mg sampel yang dicampur dengan KBr membentuk pelet dalam cetakan sampel. Selanjutnya sampel dianalisis pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} . Berdasarkan hasil spektra IR yang diperoleh dapat diidentifikasi gugus fungsi dari ligan tartrat maupun ligan pirazina yang digunakan untuk mengkonfirmasi ada atau tidaknya kedua ligan dalam padatan sintesis



Gambar 4.7 Spektra IR Pirazina, ACP-5, Cu(II)-tartrat pembanding, ACP-1, dan Asam Tartrat



Gambar 4.8 Spektra IR Pirazina, ACP-3, ACP-4-A, ACP-4-B, Cu(II)-tartrat pembanding, dan asam tartrat

Spektra IR dari Pirazina, ACP-1, CuNO₃-Tartrat pembanding, ACP-5, dan Asam Tartrat (berturut-turut dari atas ke bawah) ditampilkan dalam **Gambar 4.7**. Spektra IR Pirazina, ACP-3, ACP-4-A, ACP-4-B, CuSO₄-Tartrat pembanding, dan Asam Tartrat (berturut-turut dari atas ke bawah) ditampilkan dalam **Gambar 4.8**. Berdasarkan **Gambar 4.7** dan **Gambar 4.8**, pola spektra yang ditunjukkan memperlihatkan adanya puncak-puncak serapan dari gugus-gugus yang dimiliki oleh pirazina dan tartrat. Interpretasi dari FTIR secara rinci dituliskan pada **Tabel 4.2** berikut:

Tabel 4. 2 Tabel Interpretasi FTIR

Tartrat	Pirazina	Cu(II):T:P					Intepretasi	
		ACP-1	ACP-3	ACP-4-A	ACP-4-B	ACP-5		
3404	3427	3417	3420	3435	3417	3442	Regangan O-H	[24]
3335	3327	3361			3363			
2932	3073	2976	3056	3057	2977	3060	Regangan C-H	[24]
1750	-	1624	-	-	1617	-	Regangan C=O	[25]
-	1725	-	1627	1624	-	1633	Regangan	[36]
-	1638						simetri C=N	
-	1339	-	-	1357	-	-	Regangan	[36]
-							asimetri C-N	
1363	-	1363	-	-	1389	-	Tekukan C-H	[25]
1397		1390						
-	1414	-	1414	1416	-	1416	Regangan	[37]
-							asimetri C-N	
-							Regangan	
-							simetri C=C	

1130 1085	1149 1130 1069	1075 1102	1160	1111	1052	1163 1112 1062	Regangan C-O	[25]
992	1028	882	1028	1029	932	-	Tekukan C-H	[24]
791	794	748 822	798	798	724	-	Tekukan C-C	[25]

Berdasarkan **Tabel 4.2** tampak bahwa kode reaksi ACP-1 dan ACP-4-B memiliki kemiripan yang dekat dengan spektra tartrat. Kemudian untuk ACP-3, ACP-4-A, dan ACP-5 juga memiliki kemiripan yang dekat dengan spektra pirazina. Hal ini ditunjukkan pada kode reaksi ACP-1 dan ACP-4-B bahwa pita serapan khas dari vibrasi gugus fungsi ligan tartrat yaitu pada daerah $3400\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$ dengan puncak lebar dan kuat yang merupakan vibrasi regangan gugus OH, munculnya pita serapan di daerah $1600\text{--}1800\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi regangan dari gugus karbonil ($\text{C}=\text{O}$) dengan puncak tajam. Puncak-puncak tajam di daerah $1300\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$ adalah vibrasi regangan simetrik dan asimetrik gugus C-O yang ada di ligan tartrat. Kode reaksi ACP-3, ACP-4-A, dan ACP-5 memiliki kemiripan puncak-puncak serapan dengan spectra pirazina karena vibrasi gugus khas yang dimiliki pirazina yaitu gugus amida ($\text{C}=\text{N}$) pada daerah $1600\text{--}1750\text{ cm}^{-1}$ dan vibrasi regangan simetrik dan asimetrik gugus C-N pada daerah $1300\text{--}1700\text{ cm}^{-1}$. Bilangan gelombang yang menunjukkan vibrasi gugus fungsi yang khas dari ligan tartrat dan ligan pirazina juga tidak berbeda jauh dengan literature yang ada. Hal ini mengindikasikan bahwa produk yang diperoleh dari kelima padatan merupakan senyawa yang berbeda, yaitu ada yang membentuk Cu(II)-pirazina dan ada yang membentuk Cu(II)-tartrat. Konfirmasi senyawa dilakukan dengan analisis lebih lanjut yaitu uji titik leleh.

4.3.2 Hasil Uji Titik Leleh

Uji titik leleh dilakukan untuk mengetahui secara kualitatif produk yang dihasilkan merupakan senyawa yang sama atau tidak, dengan cara sampel dipanaskan menggunakan instrument *Melting Point Apparatus* pada kisaran suhu 25°C sampai 400°C dengan kenaikan suhu 10°C per menit. Berdasarkan pengamatan produk yang dihasilkan berbeda satu sama lain karena titik lelehnya berbeda-beda. Hasil uji titik leleh disajikan di **Tabel 4.3**.

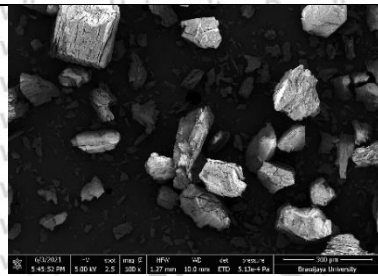
Tabel 4. 3 Data uji titik leleh

No	Kode	Rasio Mol (Cu(II) : T : P	Titik Leleh / Dekomposisi (°C)	Pengamatan
1	ACP-1	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 : \text{T} : \text{P}$ 1:1:2	308 °C	Biru muda → hitam
2	ACP-2	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 : \text{T} : \text{P}$ 1:1:4	Tidak dilakukan	Tidak dilakukan
3	ACP-3	$\text{CuSO}_4 : \text{T} : \text{P}$ 1:1:2	333 °C	Biru tua → hitam
4	ACP-4-A	$\text{CuSO}_4 : \text{T} : \text{P}$ 1:1:4	Biru tua = 330 °C	Biru tua → hitam
5	ACP-4-B		Biru muda = 253 °C	Biru muda → hitam
6	ACP-5	$\text{CuCl}_2 : \text{T} : \text{P}$ 1:1:2	280 °C	Hijau tua → hitam

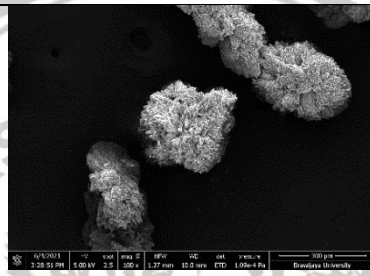
Berdasarkan **Tabel 4.3**, dapat diketahui bahwa kelima padatan hasil sintesis yang diuji tidak menunjukkan pelelehan tetapi langsung terdekomposisi membentuk padatan hitam. Pada senyawa ACP-1 dan ACP-4-B memiliki titik dekomposisi yang tidak jauh berbeda sekitar 245-253°C. kemudian untuk senyawa ACP-3 dan ACP-4-A memiliki titik dekomposisi yang tidak jauh berbeda sekitar 330-333°C. sedangkan untuk senyawa ACP-5 memiliki titik dekomposisi pada suhu 280°C. Berdasarkan penjelasan diatas dapat disimpulkan bahwa senyawa ACP-1 identik dengan ACP-4-B, ACP-3 identik dengan ACP-4-A sehingga untuk analisis SEM-EDS hanya digunakan satu kode reaksi. sedangkan untuk ACP-5 tidak identik dengan kode apapun. Hal ini kemudian dijadikan pertimbangan dalam pemilihan sampel yang dianalisis lebih lanjut menggunakan SEM-EDS.

4.3.3 Hasil SEM-EDS

Morfologi yang dihasilkan dari SEM ditunjukkan pada **Gambar 4.9**, dan **Gambar 4.10**. Sedangkan hasil komposisi unsur yang terkandung dalam senyawa yang dianalisis disajikan pada **Tabel 4.4**.



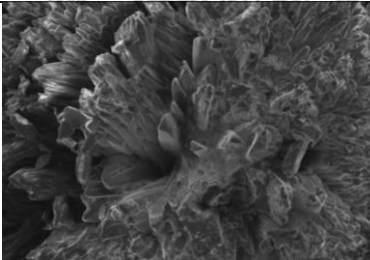
(a)



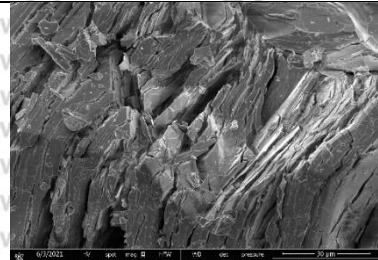
(d)



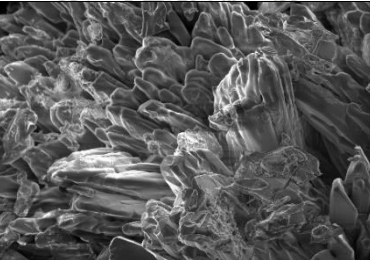
(b)



(e)

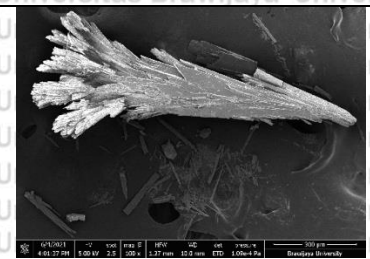
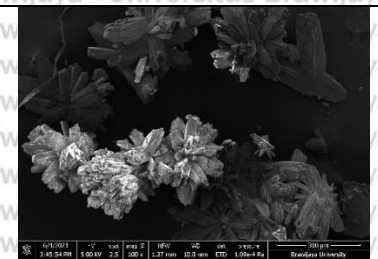


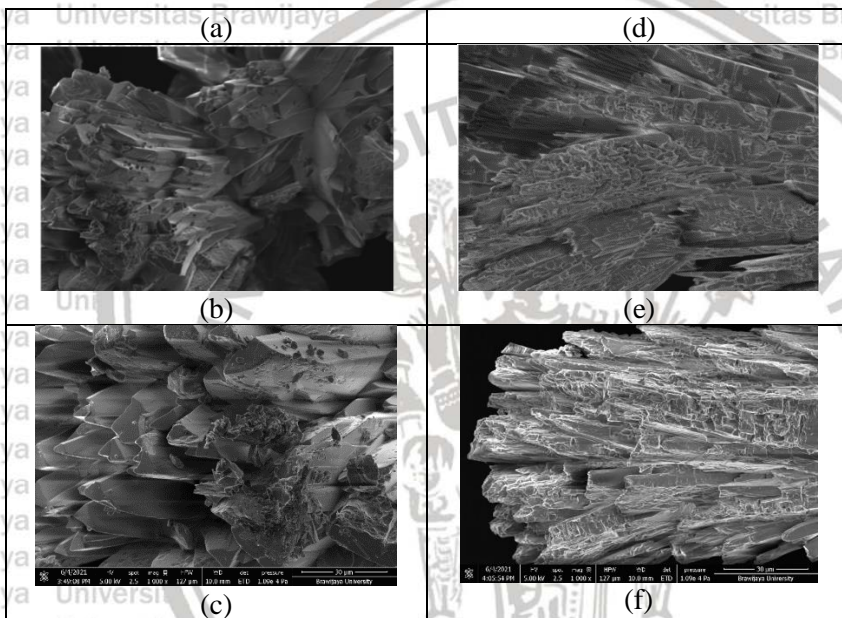
(c)



(f)

Gambar 4.9 (a), (b), dan (c) adalah hasil pencitraan SEM dari kode ACP-1 dan (d), (e), (f) adalah hasil pencitraan SEM dari kode ACP-3. (a) dan (d) adalah overview, (b) dan (e) adalah perbesaran 500x, (c) dan (f) adalah perbesaran 1000x.





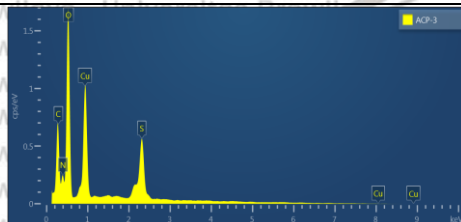
Gambar 4.10 (a), (b), dan (c) adalah hasil pencitraan SEM dari kode ACP-4 dan (d), (e), (f) adalah hasil pencitraan SEM dari kode ACP-5. (a) dan (d) adalah *overview*, (b) dan (e) adalah perbesaran 500x, (c) dan (f) adalah perbesaran 1000x.

Analisis SEM menunjukkan perbedaan morfologi (**Gambar 4.9** dan **Gambar 4.10**) yaitu ada yang seperti bongkahan kubus dan berbentuk memanjang. Pada gambar *overview*, keempat produk memiliki bentuk seperti bongkahan tidak beraturan dan seperti bunga karang.

Tabel 4. 4 Hasil komposisi unsur yang terkandung dalam senyawa hasil analisis EDS

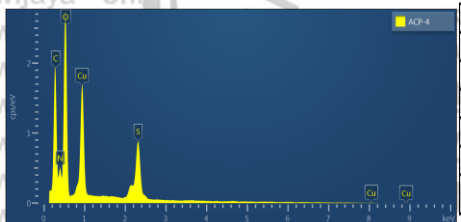
ACP-1		
	Element	Weight %
	C	29.31
	O	45.76
	Cu	24.93
	Total	100.00
		Atomic %
		42.87
		50.24
		6.89
		100.00

ACP-3



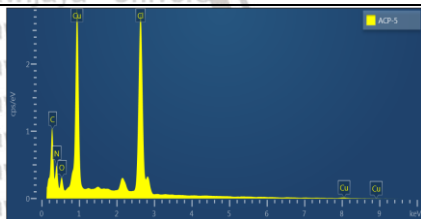
Element	Weight %	Atomic %
C	22.92	33.92
O	36.77	40.85
Cu	20.59	5.76
S	7.77	4.31
N	11.95	15.16
Total	100.00	100.00

ACP-4



Element	Weight %	Atomic %
C	30.52	42.51
O	33.33	34.84
S	6.43	3.35
Cu	17.40	4.48
N	12.32	14.72
Total	100.00	100.00

ACP-5



Element	Weight %	Atomic %
C	33.01	53.06
Cl	22.57	12.29
Cu	24.18	7.35
N	16.70	23.02
O	3.55	4.28
Total	100.00	100.00

Pada **Tabel 4.4**, hasil analisis EDS memberikan informasi komposisi struktur dari produk dan menunjukkan bahwa ketiga produk tersebut memiliki kandungan unsur yang identik yaitu adanya unsur Cu, C, O, N, S, dan Cl. Dari informasi unsur yang terkandung dalam produk memiliki kandungan unsur yang sama dengan ligan pirazina yaitu adanya kandungan unsur nitrogen atau ligan tartrat yang memiliki kandungan unsur khas yaitu adanya kandungan oksigen yang tinggi. Untuk ACP-1 memiliki kandungan oksigen yang cukup tinggi yaitu 45,76 dan tidak memiliki kandungan unsur nitrogen sehingga keberadaan ligan pirazina masih belum ditemukan pada produk ACP-1, untuk ACP-3, ACP-4, dan ACP-5 memiliki kandungan nitrogen yang signifikan namun kandungan oksigen didalamnya sangat sedikit.

Tabel 4. 5 Data Hasi EDS

	%Weight		Cu	N	C	O	Cl	S
ACP-1		Percobaan	24.93	-	29.31	45.76	-	-
	[Cu(C ₄ H ₈ O ₆)]	Teoritis 1	30.59	-	23.14	46.25	-	-
	{[Cu ₂ (C ₄ H ₈ O ₆) ₂ (H ₂ O) ₂].4H ₂ O] _n }	Teoritis 2	24.84	-	18.80	56.34	-	-
	[Cu(C ₄ H ₈ O ₆)].2(CH ₃ OH)	Teoritis 3	24.09	-	27.34	48.56	-	-
ACP-3		Percobaan	20.59	11.95	22.92	36.77	-	7.77
	[Cu(P)(SO ₄)(H ₂ O) ₂]	Teoritis 1	22.39	9.87	16.94	39.49	-	11.28
	[Cu(P)(SO ₄)(CH ₃ OH) ₂]	Teoritis 2	19.86	8.76	26.30	35.04	-	10.01
	[Cu(P) ₂ (SO ₄)(H ₂ O). 2(CH ₃ OH)]	Teoritis 3	20.64	9.10	23.43	36.41	-	10.40
ACP-4		Percobaan	17.40	12.32	30.52	42.51	-	6.43
	[Cu(P)(SO ₄)(H ₂ O) ₂]	Teoritis 1	22.39	9.87	16.94	39.49	-	11.28
	[Cu(P) ₂ (SO ₄)(H ₂ O)].2(CH ₃ OH)	Teoritis 2	16.55	14.60	31.30	29.19	-	8.34
	[Cu(P) ₂ (SO ₄)(H ₂ O)].2H ₂ O	Teoritis 3	17.65	15.57	26.72	31.14	-	8.89
ACP-5		Percobaan	24.18	16.70	33.01	3.55	22.57	-
	[Cu(P).2. H ₂ O]Cl ₂	Teoritis 1	20.99	18.51	31.76	5.28	23.43	-
	[Cu(P)(H ₂ O) ₄]Cl ₂	Teoritis 2	23.13	10.20	17.05	23.31	25.83	-
	[Cu(P)2.5(H ₂ O)]Cl ₂	Teoritis 3	18.64	20.56	35.26	4.69	20.82	-

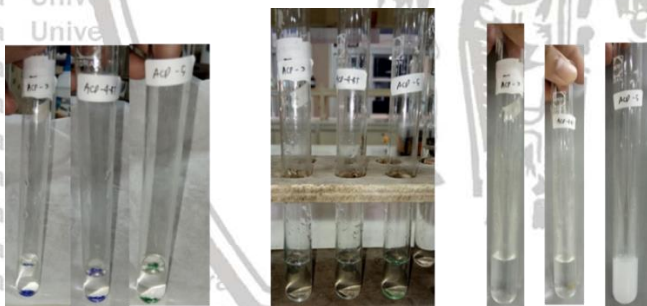
P = pirazina

Perkiraan rumus empiris dari sampel padatan yang dianalisis dengan EDS disajikan di **Tabel 4.5**. Berdasarkan tabel tersebut, semua unsur yang diprediksi ada di dalam sampel, teridentifikasi oleh EDS. Namun, hasil analisis dengan EDS memberi nilai persentase massa yang berbeda dari perhitungan teoritis, seperti pada kode reaksi ACP-1 perbedaan selisih persentase massa teoritis 1, teoritis 2, dan teoritis 3 berturut-turut yaitu 0,49-6,17; 0,09-10,58; dan 0,84-2,8; kode reaksi ACP-3 perbedaan selisih persentase massa teoritis 1, teoritis 2, dan teoritis 3 berturut-turut yaitu 1,8-5,98; 0,73-3,38; 0,05-2,63; kode reaksi ACP-4 perbedaan selisih persentase massa teoritis 1, teoritis 2, dan teoritis 3 berturut-turut yaitu 2,45-13,58; 0,78-13,32; 0,25-11,37; kode reaksi ACP-5 perbedaan selisih persentase massa teoritis 1, teoritis 2, dan teoritis 3 berturut-turut yaitu 0,86-3,19; 1,05-19,76; 1,14-5,54. Sehingga dari keempat sampel sulit ditentukan kemungkinan rumus empirisnya, salah

satunya karena kemungkinan kurangnya spot ketika analisis EDS dilakukan. Hal ini juga merupakan salah satu keterbatasan EDS dalam menganalisis kadar unsur dalam sampel. Analisis lebih lanjut dapat dilakukan dengan menggunakan jumlah spot yang lebih banyak, atau bisa juga menggunakan analisis lainnya seperti XRF atau ICP.

4.3.4 Hasil Uji Perak Nitrat

Uji presipitasi dengan perak nitrat bertujuan untuk membantu memperkuat analisis yang ada (FTIR, uji titik leleh dan SEM-EDS) dan menunjukkan peran anion dalam senyawa kompleks. Uji ini dilakukan pada kode reaksi ACP-3, ACP-4-A dan ACP-5 dan hasilnya ditunjukkan di **Gambar 4.11**.



Gambar 4.11 Sebelum padatan larut, diaduk dengan magnetik stirer (kiri), Setelah padatan larut dan sebelum ditetesi AgNO_3 (tengah), setelah ditambahkan AgNO_3 (kanan).

Gambar 4.11 merupakan sampel padatan yang telah ditambah dengan 3 ml air, dikarenakan padatan tidak langsung larut dalam air kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnetik hingga padatannya larut merata. Ketika padatan sudah larut dalam air (**Gambar 4.11 - kiri**), larutan ditambahkan AgNO_3 sebanyak 0,5 ml. **Gambar 4.11 (kanan)** merupakan penampakan hasil ketika sudah ditambahkan AgNO_3 . Dapat dilihat bahwa kode ACP-3 dan ACP-4-A dengan anion sulfat menghasilkan warna yang bening sedangkan untuk ACP-5 dengan anion klorida menghasilkan warna putih keruh, yang mengindikasikan terbentuknya endapan perak klorida. Dengan demikian, sulfat pada ACP-3 dan ACP-4-A bertindak sebagai ligan, sedangkan klorida pada ACP-5 bertindak sebagai ion bebas, sebagaimana reaksi di bawah ini:

Untuk anion sulfat (ACP-3 & ACP-4):



Untuk anion klorida (ACP-5):



4.3.5 Analisa Data

Analisa data dilakukan berdasarkan data pengamatan (secara kualitatif) maupun data pengukuran (secara kuantitatif). Berdasarkan **Tabel 4.1**, penggunaan rasio pirazina yang digunakan menghasilkan massa produk yang bervariasi. Pada anion sulfat massa produk semakin meningkat seiring dengan meningkatnya rasio pirazina. Sedangkan pada anion nitrat massa produk semakin berkurang seiring dengan meningkatnya rasio pirazina. Penggunaan anion yang berbeda tidak semua mempengaruhi nilai pH karena untuk anion nitrat, sulfat dan klorida dengan rasio 1:1:2 memiliki pH yang sama yaitu 4, sedangkan untuk anion sulfat dengan rasio 1:1:4 memiliki pH yang lebih basa dibandingkan yang lainnya yaitu 6. Penggunaan rasio pirazina yang digunakan menghasilkan massa produk yang bervariasi. Pada anion sulfat massa produk semakin meningkat seiring dengan meningkatnya rasio pirazina. Sedangkan pada anion nitrat massa produk semakin berkurang seiring dengan meningkatnya rasio pirazina. Sehingga dapat disimpulkan bahwa massa yang dihasilkan dari variasi anion dan rasio menghasilkan massa produk yang bervariasi.

Analisis dari spektra IR mengindikasikan bahwa berdasarkan hasil dari spektra-IR dan Tabel interpretasi pada kode reaksi ACP-1 dan ACP-4-B mempunyai bilangan gelombang yang tidak jauh berbeda dengan ligan tartrat sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa tersebut merupakan senyawa yang identik/sama dengan ligan tartrat. Kemudian pada kode reaksi ACP-3, ACP-4-A, dan ACP-5 mempunyai bilangan gelombang yang tidak jauh berbeda dengan ligan pirazina sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa tersebut merupakan senyawa yang identik/sama dengan ligan pirazina.

Hasil uji titik leleh membuktikan bahwa ACP-1, ACP-3, ACP-4-A, ACP-4-B, dan ACP-5 adalah senyawa yang berbeda karena pada **Tabel 4.3** menunjukkan titik leleh semua sampel

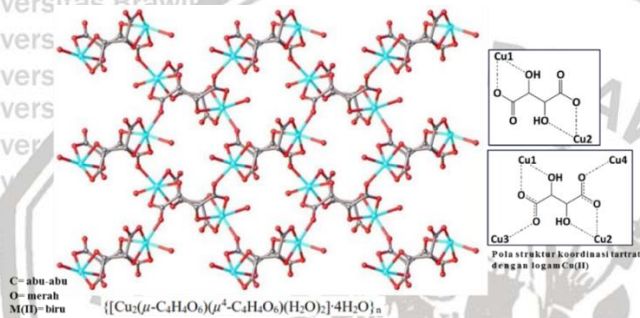
berbeda-beda. Berdasarkan data yang diperoleh senyawa ACP-1 dan ACP-4-B adalah senyawa yang sama karena titik leleh hasil pengukuran memiliki kedekatan satu sama lain, sedangkan ACP-3 dan ACP-4-A adalah senyawa yang sama karena titik leleh hasil pengukuran memiliki kedekatan satu sama lain, namun untuk ACP-5 merupakan senyawa yang berbeda dari senyawa lainnya karena memiliki titik leleh yang berbeda dari ACP-1, ACP-3, ACP-4-A, dan ACP-4-B. Penelitian tentang sintesis CuTP belum pernah dilaporkan sebelumnya, sedangkan penelitian tentang sintesis Cu(II)-tartrat pernah dilaporkan berdasarkan hasil karakterisasi TGA nya, bahwa untuk Cu(II)-tartrat akan terdekomposisi pada suhu 255-319.45°C[38]. Namun secara teoritis, sampel yang mengandung senyawa sejenis akan memberikan titik leleh pada rentang suhu yang relatif sama. Diperkirakan titik leleh senyawa CuTP akan berbeda dengan titik leleh senyawa Cu(II)-tartrat atau titik leleh senyawa Cu(II)-pirazina, bisa lebih tinggi atau lebih rendah tergantung banyak faktor, misalnya struktur kristalnya.

Hasil uji presipitasi dengan perak nitrat menunjukkan bahwa pada kode ACP-3 dan ACP-4-A dengan anion sulfat menghasilkan warna yang bening sedangkan untuk ACP-5 dengan anion klorida menghasilkan warna putih keruh. Hal tersebut mengindikasikan bahwa anion sulfat pada senyawa yang dihasilkan bertindak sebagai ligan senyawa kompleks dan anion klorida pada senyawa yang dihasilkan bertindak sebagai counter ion.

Hasil analisis SEM-EDS menunjukkan bahwa morfologi yang diperoleh dari setiap produk itu berbeda, setelah dilakukan perbesaran 500x dan 1000x untuk ACP-1 jelas terlihat memiliki bentuk kubus dengan permukaan yang kasar dan terlihat ada pori, untuk ACP-3 memiliki bentuk seperti bunga karang yang tidak beraturan, juga untuk ACP-4 memiliki bentuk seperti bunga karang tetapi dengan ujung lebih runcing, kemudian untuk ACP-5 memiliki bentuk seperti bunga karang yang memanjang. Kemudian hasil analisis dengan EDS memiliki nilai persentase massa yang berbeda dengan perhitungan teoritis, dari keempat sampel, tidak ada yang memiliki kedekatan dengan prediksi, meskipun tidak didapatkan informasi dari hasil EDS mengenai rumus empiris dari produk yang dihasilkan.

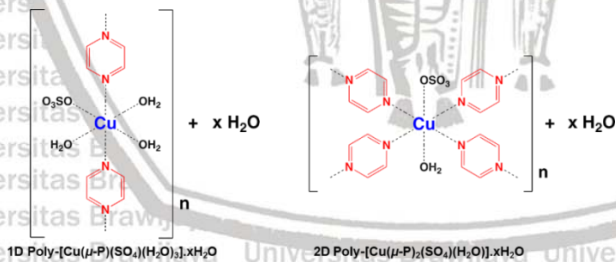
Struktur Cu(II)-tartrat yang terbentuk diperkirakan

mengadopsi pada penelitian sebelumnya [24]

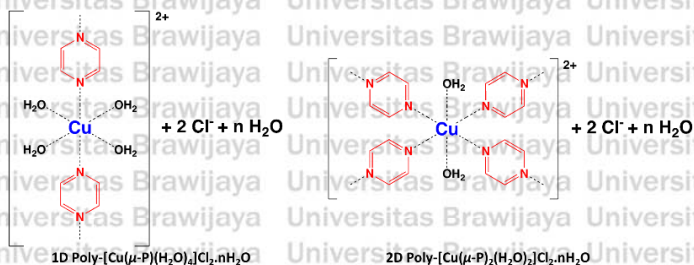


Gambar 4.12 Prediksi senyawa di produk kode ACP-1

Apabila produk yang dihasilkan merupakan kompleks Cu(II)-pirazina saja maka kemungkinan strukturnya adalah sebagai berikut:



Gambar 4.13 Beberapa prediksi senyawa di produk kode ACP-3 dan ACP-4-A, Cu-Pirazina



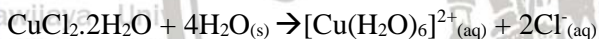
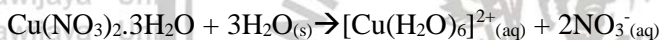
Gambar 4.14 Prediksi senyawa di produk kode ACP-5

Berdasarkan prediksi struktur yang dibuat, ion logam Cu²⁺ membentuk geometri octahedral. Prediksi struktur dari senyawa

ACP-1 ditunjukkan pada **Gambar 4.11** dimana struktur yang dibuat merupakan Cu(II) –tartrat, untuk prediksi senyawa ACP-3 dan ACP-4 ditunjukkan pada **Gambar 4.13**, sedangkan prediksi struktur ACP-5 ditunjukkan pada **Gambar 4.14**.

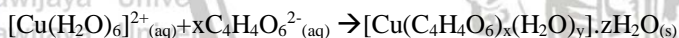
Perkiraan reaksi yang terjadi selama proses sintesis adalah sebagai berikut:

1. Pelarutan logam Cu(II)hidrat:

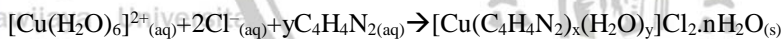
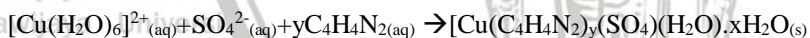


2. Penambahan larutan pirazin dan larutan asam tartrat

Cu(II)-tartrat:

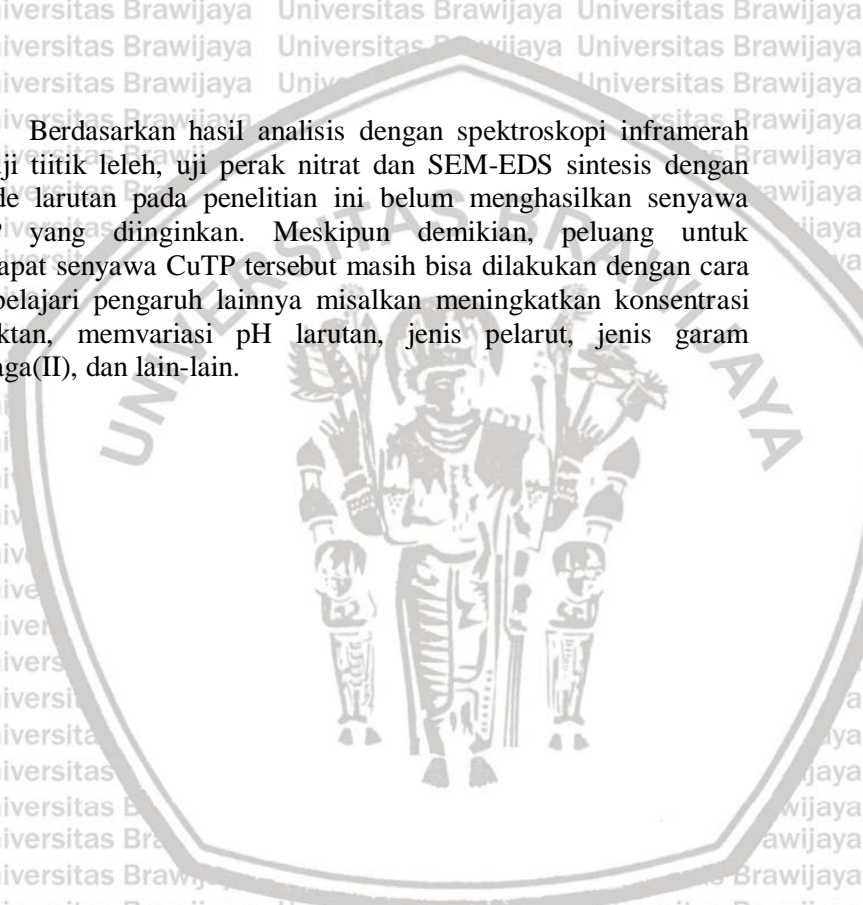


Cu(II)-pirazina:



Karakterisasi padatan yang dihasilkan dapat dilakukan dengan analisis lainnya untuk memastikan senyawa yang ada di padatan hasil tersebut, misalnya analisis UV-VIS, XRF, *powder*-XRD, TGA, dan lain-lain. Analisis UV-VIS dapat dilakukan untuk mengidentifikasi adanya pergeseran λ_{max} atau perubahan pola spektra UV-VIS ligan dan ion logam bebas antara sebelum dan sesudah reaksi. Perbedaan warna dari padatan yang dihasilkan juga dapat dikuantifikasikan dengan analisis ini. Analisis XRF dapat memberikan informasi unsur penyusun sampel, apabila diperoleh kadar nitrogen dari sampel dalam jumlah yang signifikan maka diperkirakan sampel mengandung ligan niasinamida. Sedangkan analisis *powder*-XRD dapat memberikan informasi apakah padatan yang dihasilkan merupakan senyawa Cu(II)-tartrat atau Cu(II)-Pirazina dengan kemurnian tinggi atau bercampur dengan pengotor atau senyawa lainnya. Analisis TGA juga dapat dilakukan untuk mengetahui profil dekomposisi sampel seiring dengan peningkatan suhu. Analisis ini juga dapat memberikan informasi tentang tingkat kestabilan struktur pada suhu tinggi.

Berdasarkan hasil analisis dengan spektroskopi inframerah dan uji titik leleh, uji perak nitrat dan SEM-EDS sintesis dengan metode larutan pada penelitian ini belum menghasilkan senyawa CuTP yang diinginkan. Meskipun demikian, peluang untuk mendapat senyawa CuTP tersebut masih bisa dilakukan dengan cara mempelajari pengaruh lainnya misalkan meningkatkan konsentrasi pereaktan, memvariasi pH larutan, jenis pelarut, jenis garam tembaga(II), dan lain-lain.



BAB V PENUTUP

1.1 Kesimpulan

1. Sintesis kompleks Cu(II) dengan ligan campuran tartrat dan pirazina dengan metode larutan pada kondisi penelitian ini belum menghasilkan senyawa CuTP yang diinginkan.
2. Hasil analisis dengan spektra inframerah, uji titik leleh, uji SEM-EDS, dan uji perak nitrat menunjukkan bahwa produk yang diperoleh dari kelima padatan merupakan senyawa yang berbeda, yaitu kompleks Cu(II)-tartrat hidrat (kode ACP-1 dan ACP-4-B), kompleks Cu(II)-pirazina-sulfat (ACP-3, ACP-4-A), dan kompleks Cu(II)-pyrazina klorida (ACP-5).
3. Penggunaan rasio pirazina yang digunakan menghasilkan massa produk yang bervariasi, dimana massa produk padatan ada yang meningkat dan ada yang berkurang (tidak menghasilkan produk padatan). Pada anion sulfat, massa produk semakin meningkat seiring dengan meningkatnya rasio pirazina, sedangkan pada anion nitrat, massa produk semakin berkurang seiring dengan meningkatnya rasio pirazina.
4. Variasi anion mempengaruhi jenis produk padatan yang dihasilkan dimana morfologi dan warna yang berbeda akan dihasilkan tergantung pada anion garam yang digunakan, dimana anion nitrat menghasilkan kristal seperti kubus berwarna biru muda, anion sulfat menghasilkan padatan granul berwarna biru tua, sedangkan anion klorida menghasilkan kristal berbentuk seperti balok panjang berwarna hijau tua.

1.2 Saran

Perlu dilanjutkan karakterisasi padatan yang dihasilkan dengan metode lain untuk memastikan senyawa yang diperoleh, misalnya dengan *powder*-XRD, XRF, ICP, atau yang lainnya. Faktor lain yang berpengaruh pada sintesis, seperti konsentrasi, pH, pelarut, senyawa ligan, dan lain-lain juga perlu untuk dikaji lebih lanjut sehingga dapat memperbesar peluang diperolehnya senyawa CuTP



sesuai yang ditargetkan.



DAFTAR PUSTAKA

- [1.] Sakamoto, H., Matsuda, R., Bureekaew, S., Tanaka, D., & Kitagawa, S. (2009). **A Porous Coordination Polymer with Accessible Metal Sites and its Complementary Coordination Action.** *Chemistry - A European Journal*, 15(20), 4985–4989.
- [2.] Quan, Y.-P., Yin, P., Han, N.-N., Yang, A.-H., Gao, H.-L., Cui, J.-Z., Cheng, P. (2009). **Novel hetero-polynuclear metal complexes $(\text{CuL})_3[\text{Mn}(\text{NCS})_5]_2$ and $(\text{NiL})_3[\text{Mn}(\text{NCS})_5]_2$ containing trigonal bipyramidal geometric $[\text{Mn}(\text{NCS})_5]_3^-$ as bridging ligand.** *Inorganic Chemistry Communications*, 12(6), 469–472.
- [3.] Batten, S. R., Champness, N. R., Chen, X.-M., Garcia-Martinez, J., Kitagawa, S., Öhrström, L., Reedijk, J. (2013). **Terminology of metal–organic frameworks and coordination polymers (IUPAC Recommendations 2013).** *Pure and Applied Chemistry*, 85(8), 1715–1724.
- [4.] Halder, R., Sikdar, N., & Maji, T. K. (2015). **Interpenetration in coordination polymers: structural diversities toward porous functional materials.** *Materials Today*, 18(2), 97–116.
- [5.] Dincă, M., Dailly, A., Liu, Y., Brown, C. M., Neumann, D. A., & Long, J. R. (2006). **Hydrogen Storage in a Microporous Metal–Organic Framework with Exposed Mn^{2+} Coordination Sites.** *Journal of the American Chemical Society*, 128(51), 16876–16883.
- [6.] Gylén, O., Binkienė, R., & Butkienė, R. (2009). **Sorption of Cu(II) complexes with ligands tartrate, glycine and quadrol by chitosan.** *Journal of Hazardous Materials*, 171(1–3), 133–139.
- [7.] Rashidipour, M., Derikvand, Z., Shokrollahi, A., Mohammadpour, Z., & Azadbakht, A. (2017). **A 2D metal–organic coordination polymer of Cu(II) based on tartrate ligands; synthesis, characterization, spectroscopic, crystal structure, solution studies and electrochemical behavior.** *Arabian Journal of Chemistry*, 10, S3167–S3175.
- [8.] Huizi-Ray, Uxua., Lekuona, Z. dkk., (2020). **Influence of thermally induced structural transformations on the**



magnetic and luminescence properties of tartrate-based chiral lanthanide organic-frameworks. *Journal of Materials Chemistry C*, hal. 8243-8256.

- [9.] Wang, Y., Liu, G.-X., Chen, Y.-C., Wang, K.-B., & Meng, S.-G. (2010). **Two novel lanthanum-tartrate complexes with distinctive new topologies: Hydrothermal synthesis and crystal structures.** *Inorganica Chimica Acta*, 363(11), 2668–2672.
- [10.] Ye, Y., Du, J., Sun, L., Liu, Y., Wang, S., Song, X., & Liang, Z. (2020). **Two zinc metal-organic framework isomers based on pyrazine tetracarboxylic acid and dipyridinylbenzene for adsorption and separation of CO₂ and light hydrocarbons.** *Dalton Transactions*, 49(4), 1135–1142.
- [11.] Ong, K. T., Liu, Z.-Q., & Tay, M. G. (2017). **Review on the Synthesis of Pyrazine and Its Derivatives**, 16.
- [12.] Aripnammal, S., & Velvizhi, R. (2019). **Structural, Spectroscopic, and Magnetic Studies on Copper Tartrate Crystals.** *Zeitschrift für Naturforschung A*, 74(9), 813–819.
- [13.] Sahaya Shajan, X., & Mahadevan, C. (2005). **FT-IR spectroscopic and thermal studies on pure and impurity added calcium tartrate tetrahydrate crystals.** *Crystal Research and Technology*, 40(6), 598–602.
- [14.] Khunur, M. M., & Prananto, Y. P. (2018). **Synthesis and Structure of 2D Cobalt(II)-tartrate Hydrate Coordination Polymers Crystallised from Aqueous Solution.** *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 13(2), 213.
- [15.] Müller, P. (2009). **Practical suggestions for better crystal structures.** *Crystallography Reviews*, 15(1), 57–83.
- [16.] Batten, S. R., Neville, S. M., & Turner, D. R. (2009). **Coordination polymers: design, analysis and application.** Cambridge, UK: Royal Society of Chemistry.
- [17.] Seetharaj, R., Vandana, P. V., Arya, P., & Mathew, S. (2019). **Dependence of solvents, pH, molar ratio and temperature in tuning metal organic framework architecture.** *Arabian Journal of Chemistry*, 12(3), 295–315.
- [18.] Kundari, E (2008). **Tinjauan Kesetimbangan Adsorpsi Tembaga Dalam Limbah Pencuci PCB Dengan Zeolit.** Seminar Nasional IV SDM Teknologi Nuklir Yogyakarta, hal.

ISSN 1978-0176.

- [19.] Nurvika, D., Suhartana, & Pardoyo. (2013). **Sintesis dan Karakter Senyawa Kompleks Cu(II)-EDTA dan Cu(II)-C₆H₈N₂O₂S**. *Chem Info Journal*, 1 (1), 70 - 75.
- [20.] Yaghi, O. M., O'Keeffe, M., Ockwig, N. W., Chae, H. K., Eddaoudi, M., & Kim, J. (2003). **Reticular Synthesis and The Design of New Materials**. *Nature*, 423(6941), 705–714. <https://doi.org/10.1038/nature01650>
- [21.] Lu, J., Liu, H.-T., Wang, D.-Q., Niu, M.-J., & Wang, S.-N. (2011). **Two Novel Three-dimensional Networks Constructed by Mn or Cd Ion and Tartrate: Syntheses, Structures and Properties**. *Journal of Chemical Crystallography*, 41(5), 641–648.
- [22.] Lieberman, H. A., Lachman, L., & Schwartz, J. B. (Eds.). (1989). **Pharmaceutical Dosage Forms--tablets**, 2nd ed. New York: Dekker.
- [23.] National Center for Biotechnology Information (2021). PubChem Compound Summary for CID 444305, **L(+)-Tartaric Acid**. Retrieved June 22, 2021 from <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/L-Tartaric-acid>.
- [24.] Khunur, M.M. dan Prananto, Y.P., (2018). **Coordination Polymers of M(II) Tartrate Hydrate (M =Cu, Mn, Cd) Crystallised from Aqueous Solution**. The Proceedings Book of The 8th Annual Basic Science International Conference.
- [25.] Jethva, H. O., Dabhi, R. M., & Joshi, M. J. (n.d.). **Structural, Spectroscopic, Magnetic and Thermal Studies of Gel-Grown Copper Levo-Tartrate and Copper Dextro-Tartrate Crystals**, 11.
- [26.] Daisy Selasteen, F., Alfred Cecil Raj, S., Karthickeyan, K., Inigo Valanarasi, J., John Samuel, A., Dorathy Rani, P., ... Roshini, S. (2019). **Structural, Spectral, Optical, Thermal and Z-Scan Potential Studies of Copper Sodium Tartrate Single Crystal for Higher Order Nonlinear Optical Applications**. *Optik*, 186, 231–240.
- [27.] Saravanabharathi, D., Obulichetty, M., Rameshkumar, S., & Kumaravel, M. (2012). **Rapid Crystallization and Proton Conductivity of Copper(II)-L-tartrate**. *Synthetic Metals*, 162(17–18), 1519–1523.
- [28.] Wałęsa-Chorab, M., Marcinkowski, D., Kubicki, M., Hnatejko,

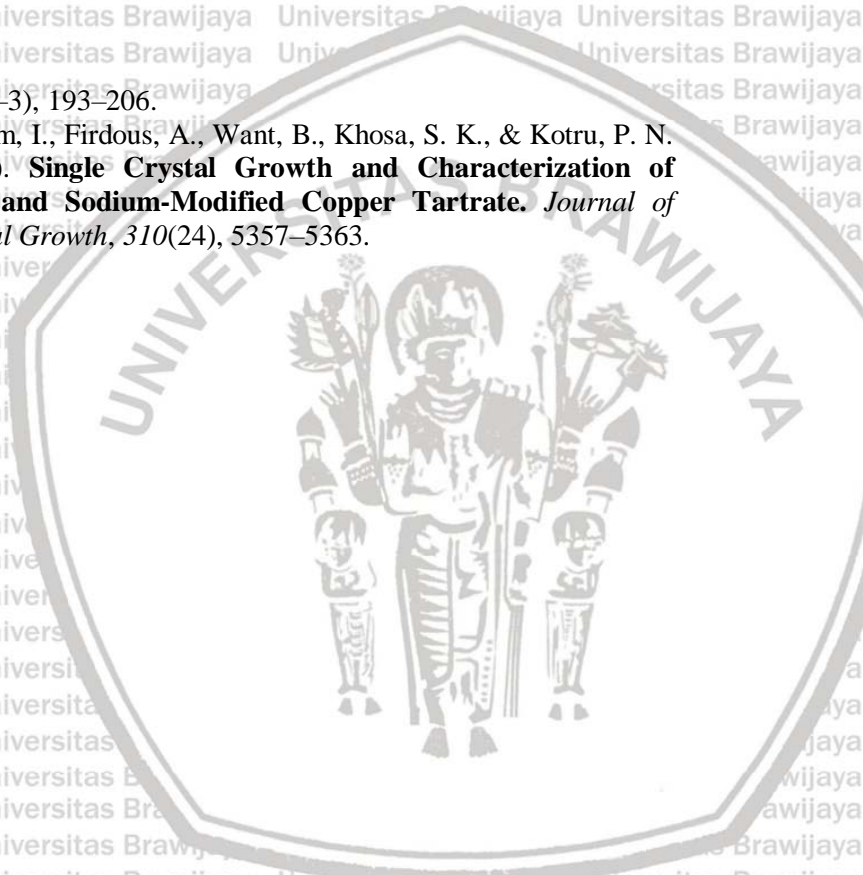


- Z., & Patroniak, V. (2016). **The Formation of Mononuclear Iron(II) And Zinc(II) Complexes and Dinuclear Mesocates of Copper(II) With Pyrazine-Bis(Bipyridine) Ligand.** *Polyhedron*, 118, 1–5.
- [29.] Londergan, C. H., Salsman, J. C., Ronco, S., & Kubiak, C. P. (2003). **Infrared Activity of Symmetric Bridging Ligand Modes in Pyrazine-Bridged Hexaruthenium Mixed-Valence Clusters.** *Inorganic Chemistry*, 42(4), 926–928.
- [30.] Wu, J.-Y., Jhan, S.-H., Lin, Y.-J., Cai, D.-L., Hu, Z.-J., & Sung, H.-L. (2020). **Polymeric Layer Framework and Chain Structure of Two Three-Component Cadmium and Copper Phosphonates Embedded with Pyrazine.** *Journal of Solid State Chemistry*, 291, 121638.
- [31.] Manson, J. L., Lancaster, T., Blundell, S. J., Qiu, Y., Singleton, J., Sengupta, P., Whangbo, M.-H. (2010). **Spin Fluctuations and Orbital Ordering in Quasi-One-Dimensional α -Cu(dca)₂(pyz){dca=dicyanamide=N(CN)₂-; pyz=pyrazine}, a molecular analogue of KCuF₃.** *Polyhedron*, 29(1), 514–520.
- [32.] Bordallo, H. N., Chapon, L., Manson, J. L., Ling, C. D., Qualls, J. S., Hall, D., & Argyriou, D. N. (2003). **Structural and Magnetic Behavior of A Quasi-1D Antiferromagnetic Chain Compound Cu(NCS)₂(pyz).** *Polyhedron*, 22(14–17), 2045–2049.
- [33.] Stock, N., & Biswas, S. (2012). **Synthesis of Metal-Organic Frameworks (MOFs): Routes to Various MOF Topologies, Morphologies, and Composites.** *Chemical Reviews*, 112(2), 933–969.
- [34.] Lide, D.R. (Ed.), (2019). **Physical Constants of Organic Compounds.**, CRC Handbook of Chemistry and Physics, hal. 3-1-3-576.
- [35.] Ramluckan, K., Moodley, K. G., & Bux, F. (2014). **An Evaluation of The Efficacy of Using Selected Solvents for The Extraction of Lipids from Algal Biomass by The Soxhlet Extraction Method.** *Fuel*, 116, 103–108.
- [36.] Gunasekaran, S., & Sailatha, E. (2009). **Vibrational Analysis of Pyrazinamide.** *Applied Physics*, 47, 7.
- [37.] Breda, S., Reva, I. D., Lapinski, L., Nowak, M. J., & Fausto, R. (2006). **Infrared Spectra of Pyrazine, Pyrimidine and Pyridazine in Solid Argon.** *Journal of Molecular Structure*,



786(2–3), 193–206.

- [38.] Quasim, I., Firdous, A., Want, B., Khosa, S. K., & Kotru, P. N. (2008). **Single Crystal Growth and Characterization of Pure and Sodium-Modified Copper Tartrate.** *Journal of Crystal Growth*, 310(24), 5357–5363.



LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram alir sintesis Cu(II)-Tartrat-Pirazina

1. ACP-1 (rasio mol Cu:T:P 1:1:2)

Larutan
 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

- Dipipet sebanyak 5 mL (0.5 mmol)
- Dimasukkan ke tabung reaksi 30 mL
- Ditambah 15 mL air dan 5 mL Metanol larutan antara dengan menggunakan pipet tetes secara perlahan melalui dinding tabung reaksi
- Ditambahkan 5 mL campuran Asam Tartrat (0,5 mmol) : Pyrazine (1 mmol) dengan pelarut metanol dengan menggunakan pipet tetes secara perlahan melalui dinding tabung reaksi
- Tabung reaksi ditutup dengan aluminium foil selama 2 minggu

Produk

2. ACP-2 (rasio mol Cu:T:P 1:1:4)

Larutan
 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

- Dipipet sebanyak 5 mL (0.5 mmol)
- Dimasukkan ke tabung reaksi 30 mL
- Ditambah 15 mL air dan 5 mL Metanol larutan antara dengan menggunakan pipet tetes secara perlahan melalui dinding tabung reaksi
- Ditambahkan 5 mL campuran Asam Tartrat (1 mmol) : Pyrazine (1 mmol) dengan pelarut metanol dengan menggunakan pipet tetes secara perlahan melalui dinding tabung reaksi
- Tabung reaksi ditutup dengan aluminium foil selama 2 minggu

Produk

3. ACP-3 (rasio mol Cu:T:P 1:1:2)

Larutan
 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

- Dipipet sebanyak 5 mL (0.5 mmol)
- Dimasukkan ke tabung reaksi 30 mL
- Ditambah 15 mL air dan 5 mL Metanol larutan antara dengan menggunakan pipet tetes secara perlahan melalui dinding tabung reaksi
- Ditambahkan 5 mL campuran Asam Tartrat (0,5 mmol) : Pyrazine (1 mmol) dengan pelarut metanol dengan menggunakan pipet tetes secara perlahan melalui dinding tabung reaksi
- Tabung reaksi ditutup dengan aluminium foil selama 2 minggu

Produk

4. ACP-4 (rasio mol Cu:T:P 1:1:4)

Larutan
 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

- Dipipet sebanyak 5 mL (0.5 mmol)
- Dimasukkan ke tabung reaksi 30 mL
- Ditambah 15 mL air dan 5 mL Metanol larutan antara dengan menggunakan pipet tetes secara perlahan melalui dinding tabung reaksi
- Ditambahkan 5 mL campuran Asam Tartrat (1 mmol) : Pyrazine (1 mmol) dengan pelarut metanol dengan menggunakan pipet tetes secara perlahan melalui dinding tabung reaksi
- Tabung reaksi ditutup dengan aluminium foil selama 2 minggu

Produk

5. ACP-5 (rasio mol Cu:T:P 1:1:2)

Larutan
 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

- Dipipet sebanyak 5 mL (0.5 mmol)
- Dimasukkan ke tabung reaksi 30 mL
- Ditambah 15 mL air dan 5 mL Metanol larutan antara dengan menggunakan pipet tetes secara perlahan melalui dinding tabung reaksi
- Ditambahkan 5 mL campuran Asam Tartrat (0.5 mmol) : Pyrazine (1 mmol) dengan pelarut metanol dengan menggunakan pipet tetes secara perlahan melalui dinding tabung reaksi
- Tabung reaksi ditutup dengan aluminium foil selama 2 minggu

Produk

Lampiran 2. Perhitungan

1. Penentuan massa logam $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

$$\text{Jumlah mol} = 0,5 \text{ mmol}$$

$$\text{Massa yang dibutuhkan} = \text{jumlah mol} \times \text{Mr}$$

$$= 0,5 \text{ mmol} \times 241,6016 \text{ g/mol}$$

$$= 0,1208 \text{ gram}$$

2. Penentuan massa logam $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

$$\text{Jumlah mol} = 0,5 \text{ mmol}$$

$$\text{Massa yang dibutuhkan} = \text{jumlah mol} \times \text{Mr}$$

$$= 0,5 \text{ mmol} \times 249,68 \text{ g/mol}$$

$$= 0,124 \text{ gram}$$

3. Penentuan massa logam $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

$$\text{Jumlah mol} = 0,5 \text{ mmol}$$

$$\text{Massa yang dibutuhkan} = \text{jumlah mol} \times \text{Mr}$$

$$= 0,5 \text{ mmol} \times 170,48 \text{ g/mol}$$

$$= 0,085 \text{ gram}$$

4. Penentuan massa asam tartrat

$$\text{Jumlah mol} = 0,5 \text{ mmol}$$

$$\text{Massa yang dibutuhkan} = \text{jumlah mol} \times \text{Mr}$$

$$= 0,5 \text{ mmol} \times 150,087 \text{ g/mol}$$

$$= 0,075 \text{ gram}$$

5. Penentuan massa pirazina

$$\text{Jumlah mol} = 1 \text{ mmol}$$

$$\text{Massa yang dibutuhkan} = \text{jumlah mol} \times \text{Mr}$$

$$= 1 \text{ mmol} \times 80,09 \text{ g/mol}$$

$$= 0,08 \text{ gram}$$

Lampiran 3 Spektra hasil analisis IR

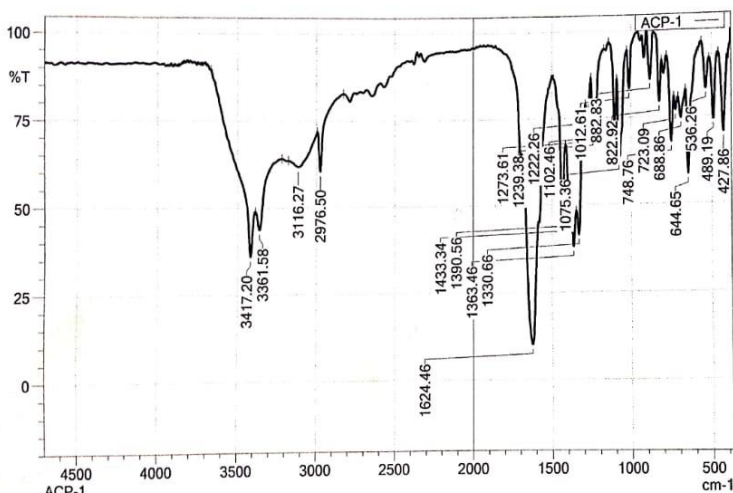
Lampiran 3.1 Spektra IR hasil reaksi ACP-1 (1:1:2)

FTIR Model : IRSpirit - T
Serial No. : A22415801432 AE
Window (KRS-5H, PKG)

SHIMADZU

06/04/2021 12:12:17

Item	Value
Acquired Date&Time	06/04/2021 11:27:17
Filename	G:\TAAprilanti calur\ACP-12.lspd
Sample name	ACP-1
Sample ID	ACP-1
Comment	ACP-1
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm-1]
Apodization	Happ-Genzel



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1 427.86	70.36	22.26	456.39	402.19	936.817	537.798	
2 489.19	74.06	18.20	514.86	480.67	781.089	363.583	
3 536.26	82.87	10.81	563.35	514.86	520.353	227.310	
4 644.65	58.81	26.50	661.76	579.04	1531.522	591.560	
5 688.86	74.68	6.70	707.40	661.76	989.505	148.163	
6 723.09	76.89	3.77	733.07	707.40	544.248	47.081	
7 748.76	67.88	16.80	780.14	733.07	934.196	304.851	
8 822.92	79.41	13.91	861.43	810.09	425.831	185.928	
9 882.83	85.91	13.77	902.79	861.43	305.932	292.278	
10 1012.61	83.33	12.12	1026.87	956.41	391.515	184.400	
11 1075.36	62.66	25.28	1089.63	1026.87	1347.808	733.222	
12 1102.46	72.37	16.37	1140.97	1089.63	686.075	245.360	
13 1222.26	76.33	3.49	1227.97	1170.92	662.459	-106.833	
14 1239.38	69.81	12.12	1253.64	1227.97	614.921	163.275	
15 1273.61	70.84	11.33	1287.87	1253.64	781.656	193.312	
16 1330.66	41.34	14.60	1344.92	1287.87	2399.796	324.037	
17 1363.46	37.96	12.21	1380.57	1344.92	1991.894	212.504	

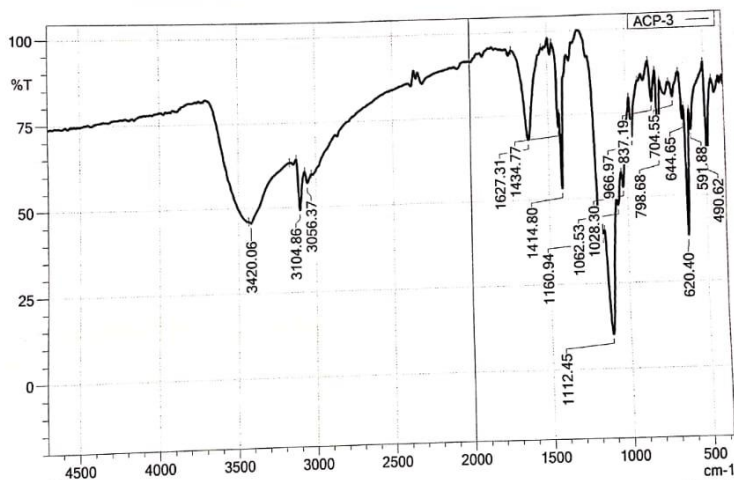
Lampiran 3.2 Spektra IR hasil reaksi ACP-3 (1:1:2)

FTIR Model : IRSpirit - T
Serial No. : A22415801432 AE
Window (KRS-SH, PKG)

SHIMADZU

06/04/2021 12:11:14

Item	Value
Acquired Date&Time	06/04/2021 11:33:47
Filename	G:\TAV\Prilanti catur\ACP-31.ispd
Sample name	ACP-3
Sample ID	ACP-3
Comment	ACP-3
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm ⁻¹]
Apodization	Happ-Genzel



ACP-3

	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1	490.62	59.82	27.77	506.31	456.39	1233.202	567.375	
2	591.88	69.37	7.42	603.29	506.31	1853.021	122.092	
3	620.40	38.36	37.36	637.52	603.29	1435.468	604.482	
4	644.65	72.46	6.53	664.61	637.52	576.296	72.356	
5	704.55	79.26	5.46	728.79	664.61	1097.171	138.979	
6	798.68	61.73	23.94	812.94	784.42	765.599	356.921	
7	837.19	78.05	10.84	855.73	812.94	705.830	222.056	
8	966.97	67.77	12.95	982.66	924.19	1335.234	274.894	
9	1028.30	53.03	9.15	1041.13	982.66	2041.432	191.547	
10	1062.53	47.74	39.41	1073.94	1041.13	1598.111	81.041	
11	1112.45	10.00	35.45	1152.38	1073.94	5765.595	1479.987	
12	1160.94	39.60	2.56	1176.62	1152.38	1425.118	38.605	
13	1414.80	53.11	27.53	1429.06	1399.11	943.627	371.655	
14	1434.77	71.42	6.90	1470.42	1429.06	528.902	-53.437	
15	1627.31	67.77	27.04	1731.42	1537.46	2909.409	1901.018	
16	3056.37	57.14	3.07	3073.49	3029.27	1828.972	65.871	
17	3104.86	49.18	13.54	3126.26	3073.49	2299.997	313.780	



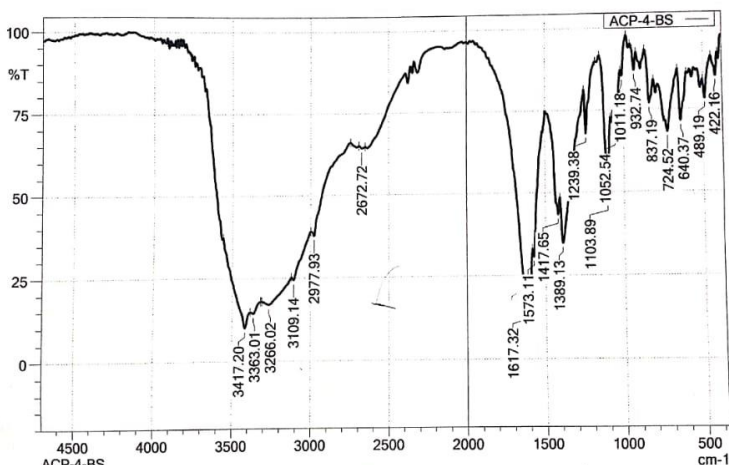
Lampiran 3.3 Spektra IR hasil reaksi ACP-4-A (1:1:2)

FTIR Model : IRSpirit - T
Serial No. : A22415801432 AE
Window (KRS-5H, PKG)

SHIMADZU

21/04/2021 11:27:05

Item	Value
Acquired Date&Time	21/04/2021 11:16:18
Filename	G:\TAA\prilanti catur\ACP-4-BS1.spd
Sample name	ACP-4-BS
Sample ID	ACP-4-BS
Comment	ACP-4-BS
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm ⁻¹]
Apodization	Happ-Genzel



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1	422.16	84.98	6.77	447.83	407.99	134.634	
2	489.19	78.00	7.60	502.03	447.83	810.565	132.830
3	640.37	71.46	15.33	660.34	603.29	1217.236	454.126
4	724.52	68.15	6.25	738.78	660.34	1785.018	166.739
5	837.19	76.97	11.39	865.71	811.51	898.599	280.982
6	932.74	86.97	6.45	956.99	919.91	325.134	95.125
7	1011.18	85.34	4.10	1019.74	982.86	321.149	36.649
8	1052.54	86.90	11.33	1065.38	1019.74	1124.227	252.242
9	1103.89	47.03	31.30	1153.81	1082.49	2075.541	799.855
10	1239.38	67.68	14.80	1252.21	1179.48	1369.038	313.113
11	1389.13	34.71	14.90	1406.24	1343.49	3621.692	516.019
12	1417.65	43.34	4.28	1427.64	1406.24	1165.581	46.271
13	1573.11	30.59	7.33	1581.67	1517.49	3198.855	56.036
14	1617.32	14.55	27.42	1778.48	1581.67	10414.217	2046.780
15	2672.72	64.34	0.57	2689.84	2649.90	1414.363	12.466
16	2977.93	37.70	3.49	2999.32	2744.03	11432.249	-699.903
17	3109.14	24.39	2.18	3121.98	2999.32	8435.209	98.009

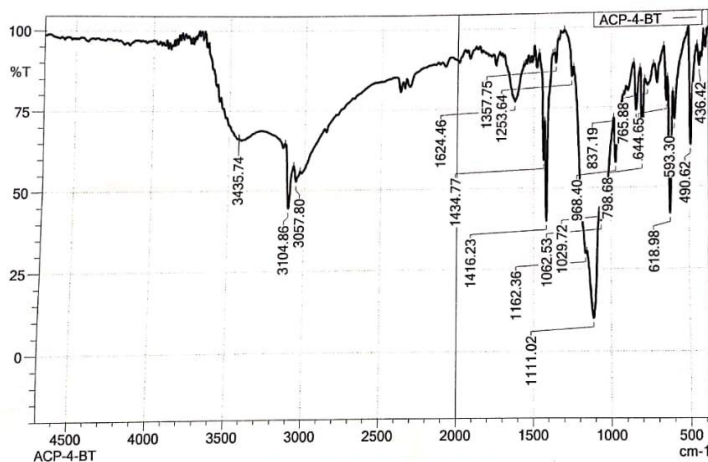
Lampiran 3.4 Spektra IR hasil reaksi ACP-4-B (1:1:2)

FTIR Model : IRSpirit - T
Serial No. : A22415801432 AE
Window (KRS-5H, PKG)

SHIMADZU

21/04/2021 11:22:37

Item	Value
Acquired Date&Time	21/04/2021 11:20:30
Filename	G:\TIA\Apilanti catur\ACP-4-BT1.lspd
Sample name	ACP-4-BT
Sample ID	ACP-4-BT
Comment	ACP-4-BT
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm ⁻¹]
Apodization	Happ-Genzel



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1	436.42	87.30	2.47	449.26	433.57	160.256	24.467
2	490.62	62.91	34.18	504.88	459.24	860.739	664.540
3	593.30	70.90	10.69	603.29	534.83	1079.814	187.261
4	618.98	41.95	39.64	636.09	603.29	1248.020	647.558
5	644.65	76.71	10.46	661.76	603.09	417.417	128.665
6	765.88	81.56	3.30	782.99	727.37	907.007	114.702
7	798.68	58.40	26.86	812.94	782.99	783.644	339.571
8	837.19	73.94	14.01	854.30	812.94	767.532	262.794
9	968.40	57.81	15.38	982.66	919.91	1904.164	345.898
10	1029.72	43.91	8.98	1039.71	982.66	2495.142	226.758
11	1062.53	39.81	4.39	1071.08	1052.54	1076.486	42.387
12	1111.02	10.00	27.36	1153.81	1071.08	6375.629	1174.638
13	1162.36	29.75	6.16	1243.66	1153.81	3958.469	282.173
14	1253.64	84.76	4.83	1304.96	1243.66	396.514	3.161
15	1357.75	89.07	5.17	1367.74	1346.34	177.457	57.352
16	1416.23	39.83	35.56	1426.21	1379.15	1333.256	458.919
17	1434.77	58.78	16.54	1467.57	1426.21	883.333	120.022



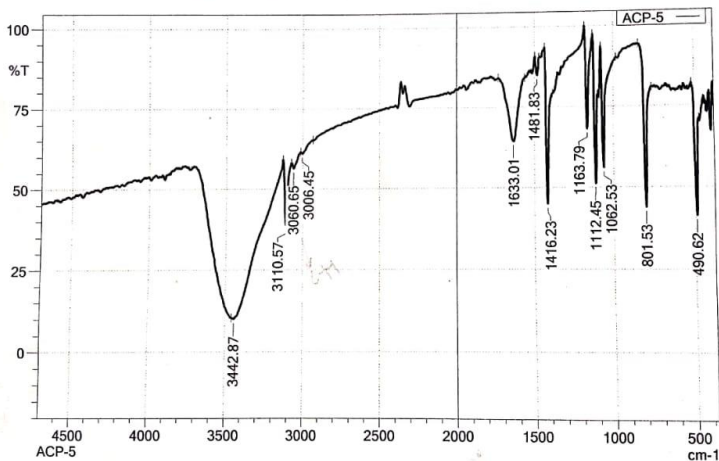
Lampiran 3.5 Spektre IR hasil reaksi ACP-5 (1:1:2)

FTIR Model : IRSpirit - T
Serial No. : A22415801432 AE
Window (KRS-5H, PKG)

SHIMADZU

06/04/2021 12:10:18

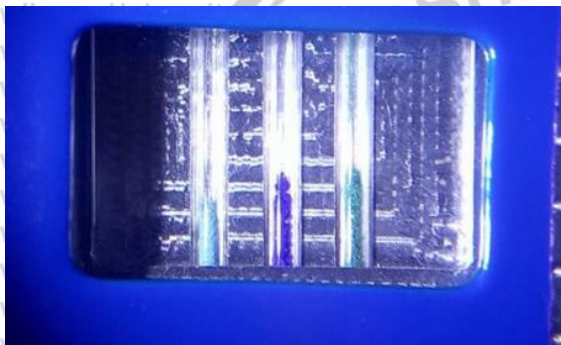
Item	Value
Acquired Date&Time	06/04/2021 11:38:05
Filename	G:\TAVAprilianti catur\ACP-51.jspd
Sample name	ACP-5
Sample ID	ACP-5
Comment	ACP-5
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm ⁻¹]
Apodization	Happ-Genzel



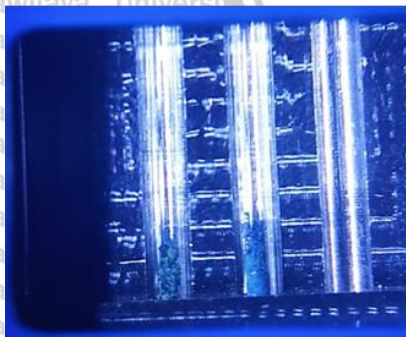
Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1 490.62	41.29	34.36	517.71	470.65	1657.229	549.857	
2 801.53	43.96	43.48	842.89	781.60	1871.053	858.983	
3 1062.53	56.18	36.84	1078.22	982.66	1747.351	968.485	
4 1112.45	51.24	35.84	1128.13	1099.61	859.618	517.633	
5 1163.79	68.13	31.01	1180.90	1128.13	735.679	665.621	
6 1416.23	45.13	43.18	1434.77	1383.43	1528.803	827.748	
7 1481.83	84.89	5.67	1496.10	1469.00	342.141	86.460	
8 1633.01	64.48	19.65	1729.99	1561.70	4072.168	1400.632	
9 3006.45	61.04	0.88	3015.01	2933.72	2994.922	18.686	
10 3060.65	56.43	2.51	3074.91	3015.01	2473.409	66.703	
11 3110.57	38.90	19.92	3129.11	3074.91	2662.544	422.023	
12 3442.87	10.00	2.63	3456.56	3129.11	22293.505	794.932	

Lampiran 4. Hasil Uji Titik Leleh

Lampiran 4.1 Uji titik leleh ACP-1, ACP-3, dan ACP-5 (dari kiri ke kanan)



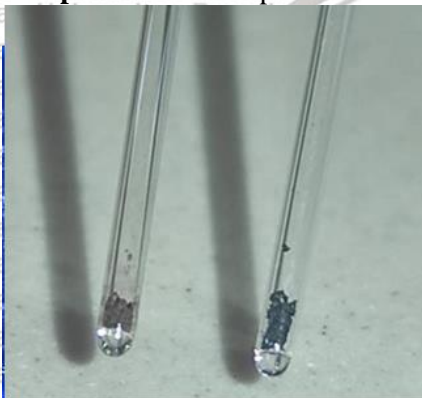
Lampiran 4.2 Uji titik leleh ACP-4-B dan ACP 4-A (dari kiri ke kanan)



Lampiran 4.3 Penampakan awal sebelum pemanasan



Lampiran 4.4 Penampakan akhir setelah pemanasan

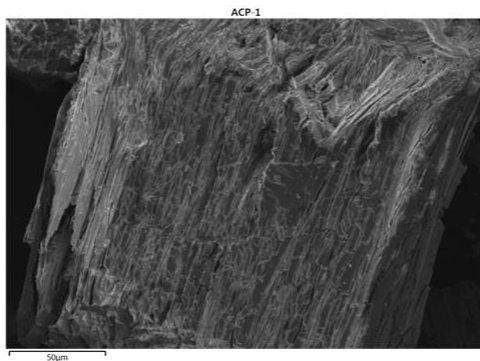


Lampiran 5 Hasil SEM-ED

Lampiran 5.1 Hasil SEM-EDS ACP-1

02062021

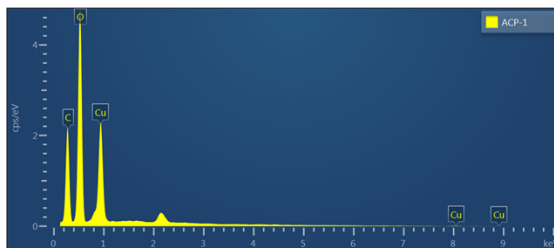
6/4/2021



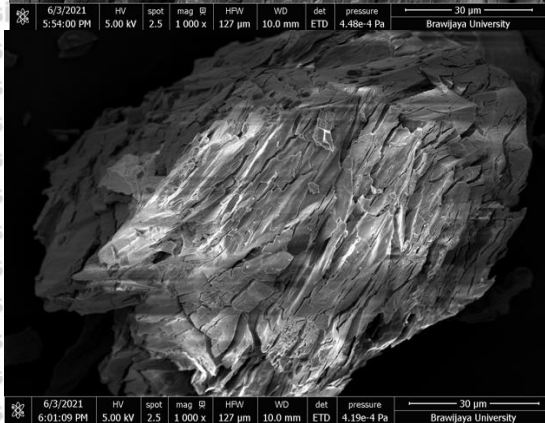
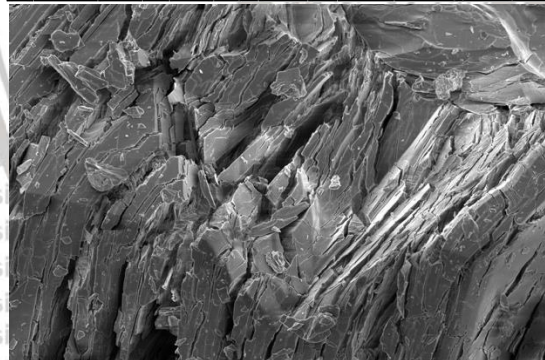
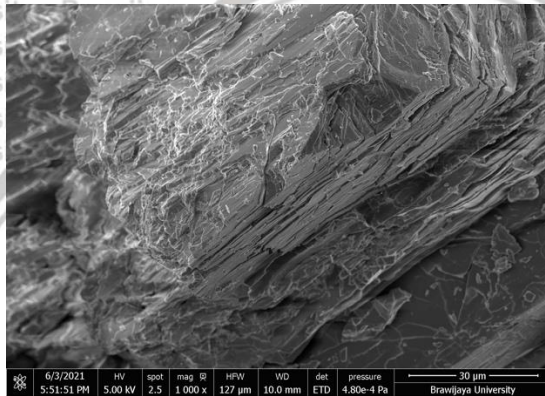
OXFORD
INSTRUMENTS
The Business of Science®

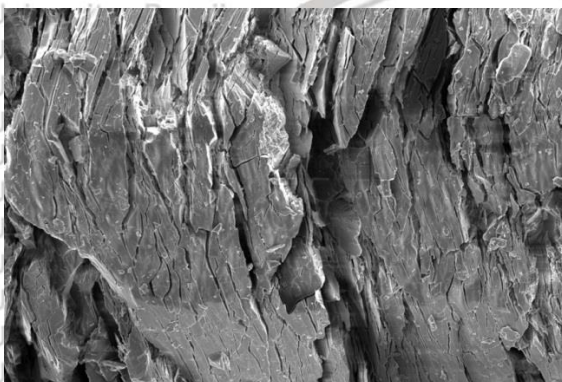
02062021

6/4/2021

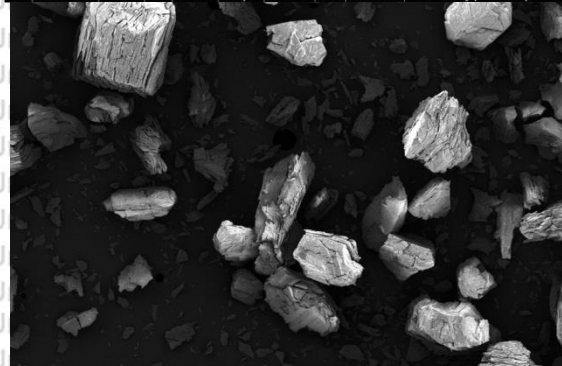


ACP-1 Element	Line Type	Weight %	Weight % Sigma	Atomic %
C	K series	29.31	0.42	42.87
O	K series	45.76	0.40	50.24
Cu	L series	24.93	0.36	6.89
Total		100.00		100.00

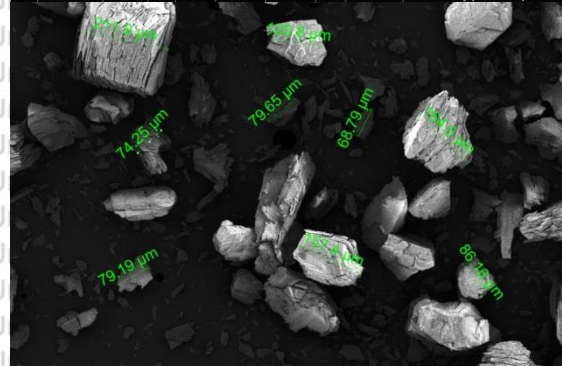




6/3/2021	HV	spot	mag	HPW	WD	det	pressure	30 μm
6:04:26 PM	5.00 kV	2.5	1 000 x	127 μm	10.0 mm	ETD	3.92e-4 Pa	Brawijaya University

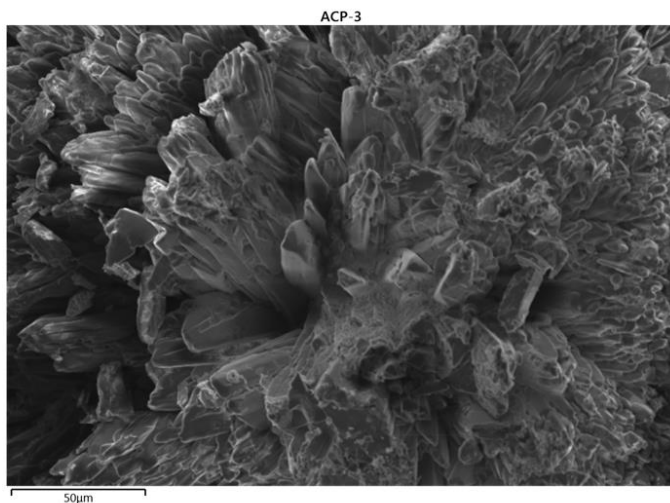


6/3/2021	HV	spot	mag	HPW	WD	det	pressure	300 μm
5:45:52 PM	5.00 kV	2.5	100 x	1.27 mm	10.0 mm	ETD	5.13e-4 Pa	Brawijaya University



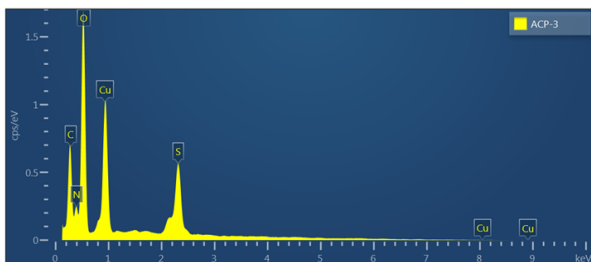
6/3/2021	HV	spot	mag	HPW	WD	det	pressure	300 μm
5:45:52 PM	5.00 kV	2.5	100 x	1.27 mm	10.0 mm	ETD	5.13e-4 Pa	Brawijaya University

Lampiran 5.2 Hasil SEM-EDS ACP-3

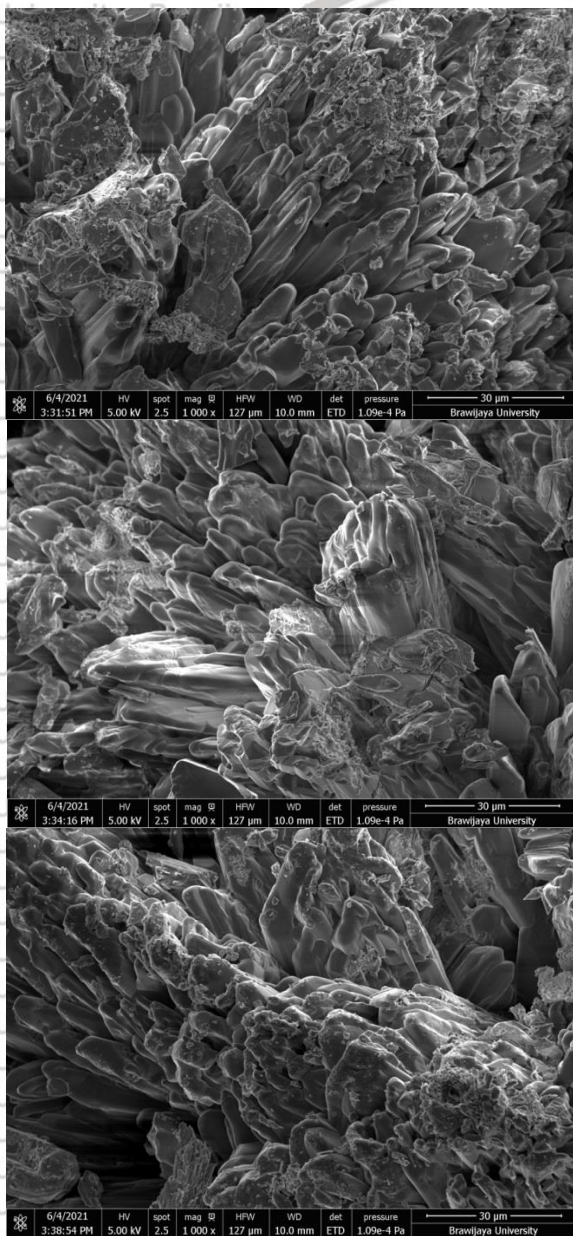


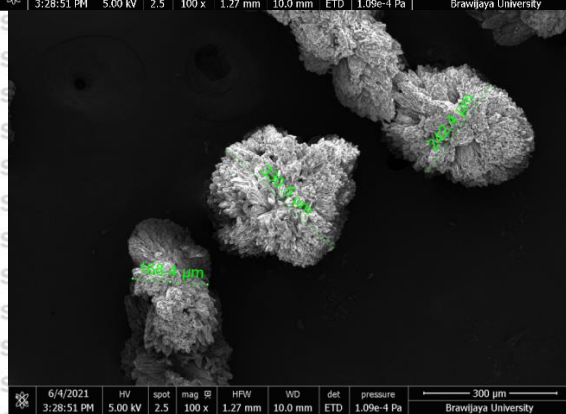
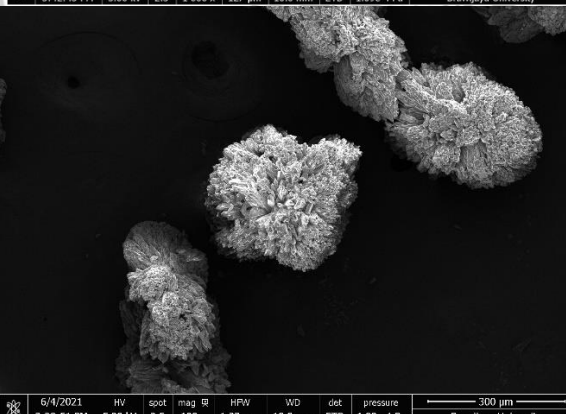
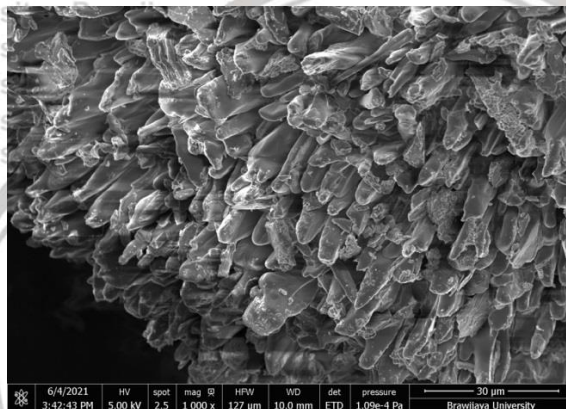
02062021

6/4/2021

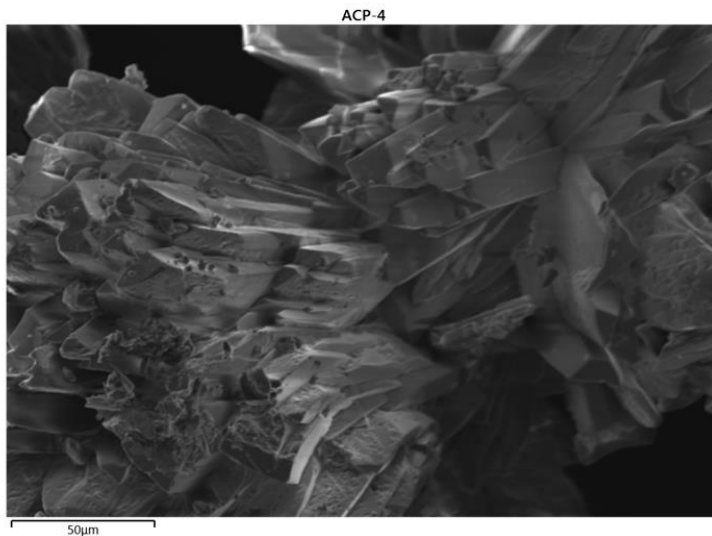


ACP-3 Element	Line Type	Weight %	Weight % Sigma	Atomic %
C	K series	22.92	0.72	33.92
O	K series	36.77	0.67	40.85
Cu	L series	20.59	0.51	5.76
S	K series	7.77	0.26	4.31
N	K series	11.95	0.89	15.16
Total		100.00		100.00



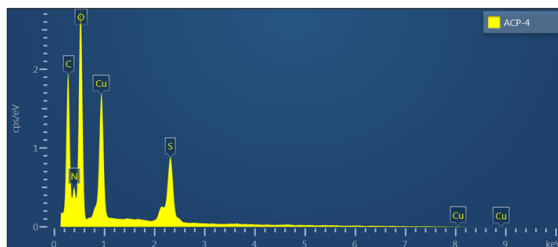


Lampiran 5.3 Hasil SEM-EDS ACP-4

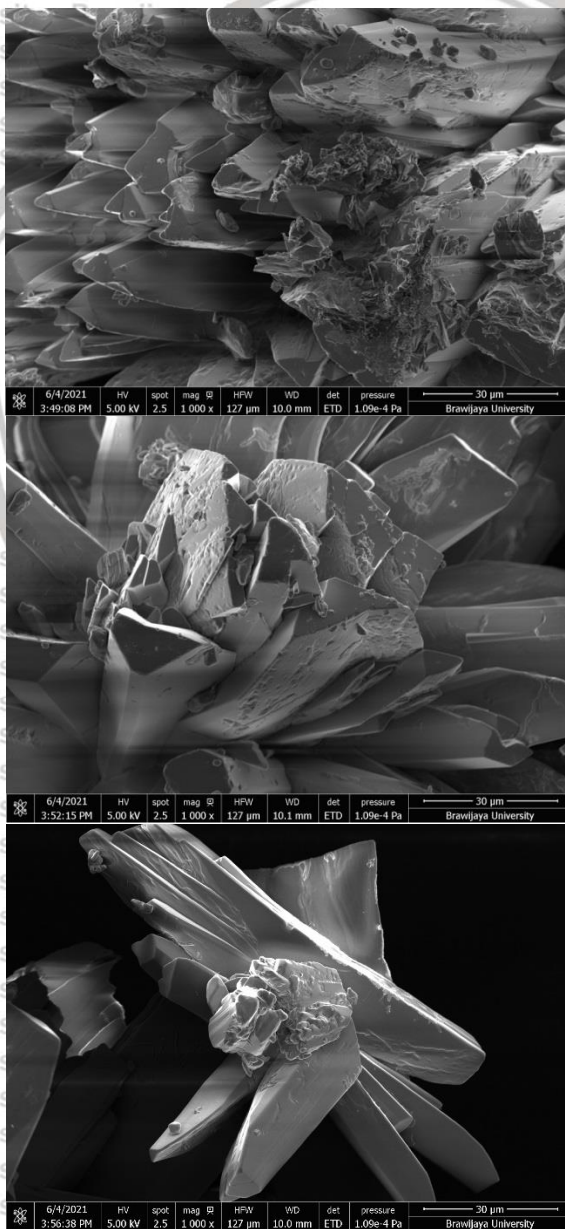


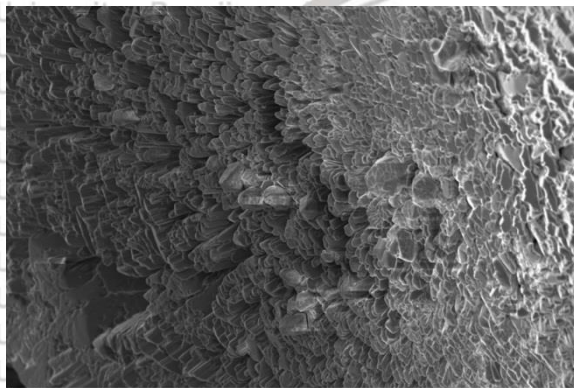
02062021

6/4/2021

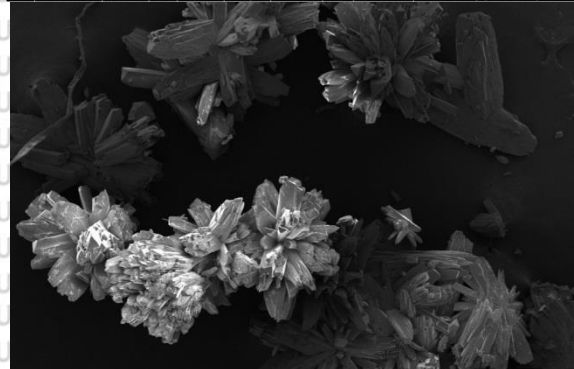


ACP-4					
Element	Line Type	Weight %	Weight % Sigma	Atomic %	
C	K series	30.52	0.53	42.51	
O	K series	33.33	0.48	34.84	
S	K series	6.43	0.17	3.35	
Cu	L series	17.40	0.35	4.58	
Ti	K series	12.32	0.73	14.72	
Total		100.00		100.00	

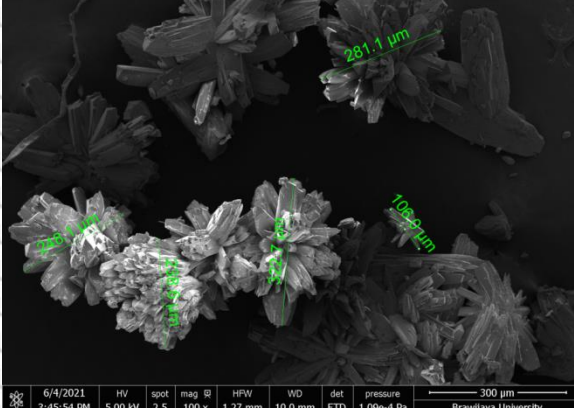




6/4/2021	3:59:40 PM	5.00 kV	2.5	1 000 x	127 μ m	10.0 mm	ETD	1.09e-4 Pa	30 μ m
									Brawijaya University

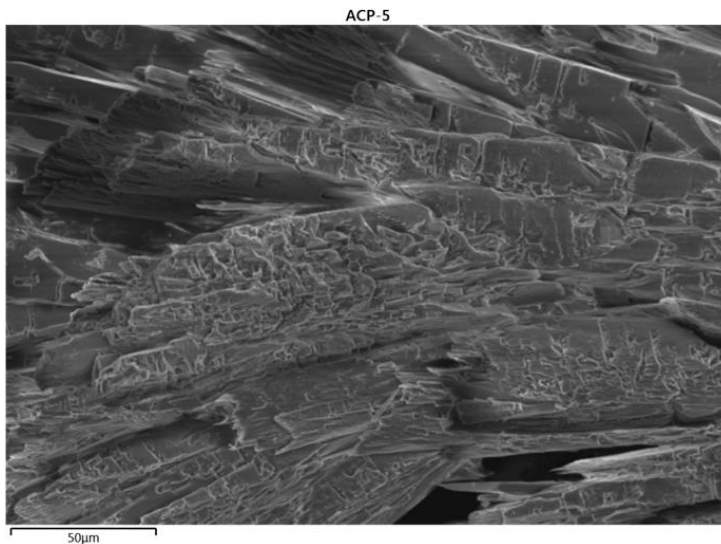


6/4/2021	3:45:54 PM	5.00 kV	2.5	100 x	1.27 mm	10.0 mm	ETD	1.09e-4 Pa	300 μ m
									Brawijaya University



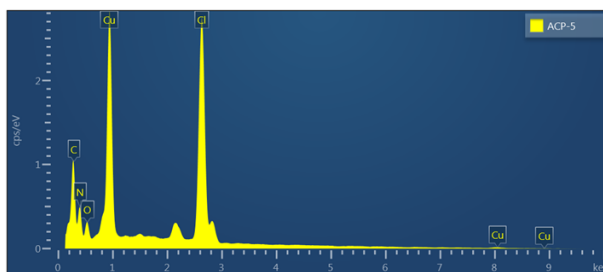
6/4/2021	3:45:54 PM	5.00 kV	2.5	100 x	1.27 mm	10.0 mm	ETD	1.09e-4 Pa	300 μ m
									Brawijaya University

Lampiran 5.4 Hasil SEM-EDS ACP-5



02062021

6/4/2021



ACP-5 Element	Line Type	Weight %	Weight % Sigma	Atomic %
C	K series	33.01	0.76	53.06
Cl	K series	22.57	0.38	12.29
Cu	L series	24.18	0.44	7.35
N	K series	16.70	0.76	23.02
O	K series	3.55	0.25	4.28
Total		100.00		100.00

